



日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日                      2 0 0 3 年    5 月 1 6 日  
Date of Application:

出 願 番 号                      特 願 2 0 0 3 - 1 3 9 3 8 7  
Application Number:  
[ST. 10/C]:                      [ J P 2 0 0 3 - 1 3 9 3 8 7 ]

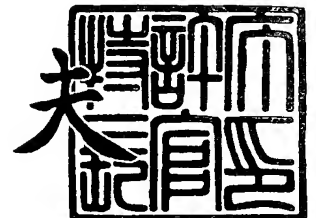
出      願      人                      株式会社デンソー  
Applicant(s):

特  
許  
庁  
長  
官  
の  
印  
鑑

2 0 0 4 年    2 月 1 6 日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

今 井 康 夫



【書類名】 特許願

【整理番号】 PY20030497

【提出日】 平成15年 5月16日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 C30B 29/36

【発明者】

    【住所又は居所】 愛知県刈谷市昭和町 1 丁目 1 番地 株式会社デンソー内

    【氏名】 木藤 泰男

【発明者】

    【住所又は居所】 愛知県刈谷市昭和町 1 丁目 1 番地 株式会社デンソー内

    【氏名】 ニッ山 幸樹

【発明者】

    【住所又は居所】 愛知県刈谷市昭和町 1 丁目 1 番地 株式会社デンソー内

    【氏名】 杉山 尚宏

【発明者】

    【住所又は居所】 愛知県愛知郡長久手町大字長湫字横道 4 1 番地の 1 株  
株式会社 豊田中央研究所 内

    【氏名】 岡本 篤人

【特許出願人】

    【識別番号】 000004260

    【氏名又は名称】 株式会社デンソー

【代理人】

    【識別番号】 100068755

    【弁理士】

    【氏名又は名称】 恩田 博宣

【選任した代理人】

    【識別番号】 100105957

    【弁理士】

    【氏名又は名称】 恩田 誠

## 【手数料の表示】

【予納台帳番号】 002956

【納付金額】 21,000円

## 【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9908214

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 炭化珪素単結晶の製造方法および製造装置

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 真空容器（１）の内部において断熱材（７，１１，１６）にて囲まれた状態で反応容器（８）が配置され、その反応容器（８）の内部に種結晶となる炭化珪素単結晶基板（９）を配置し、反応容器（８）内に、Si を含有するガスと C を含有するガスとを含む原料ガスを導入することにより、前記種結晶となる炭化珪素単結晶基板（９）から炭化珪素単結晶（２１）を成長させる炭化珪素単結晶の製造方法であって、

真空容器（１）の内部において、反応容器（８）から排出された未反応ガスが断熱材（７，１１，１６）に吸収される前に気体から固体に状態変化させて除去するようにしたことを特徴とする炭化珪素単結晶の製造方法。

【請求項 2】 真空容器（１）の内部において断熱材（７，１１，１６）にて囲まれた状態で反応容器（８）が配置され、その反応容器（８）の内部に種結晶となる炭化珪素単結晶基板（９）を配置し、反応容器（８）内に、Si を含有するガスと C を含有するガスとを含む原料ガスを導入することにより、前記種結晶となる炭化珪素単結晶基板（９）から炭化珪素単結晶（２１）を成長させる炭化珪素単結晶の製造装置であって、

真空容器（１）の内部において、反応容器（８）の未反応ガスの排出口（８a）と断熱材（７）との間に、前記反応容器（８）から排出された未反応ガスを固体に状態変化させて吸収する吸収材（１９，３０）を配置したことを特徴とする炭化珪素単結晶の製造装置。

【請求項 3】 請求項 2 に記載の炭化珪素単結晶の製造装置において、成長中に前記吸収材（１９，３０）を移動させて吸収材（１９，３０）における未反応ガスを吸収する部位を変更するようにしたことを特徴とする炭化珪素単結晶の製造装置。

【請求項 4】 請求項 3 に記載の炭化珪素単結晶の製造装置において、真空容器（１）内に、Si を含有するガスと C を含有するガスとを含む原料ガスを導入して、真空容器（１）内での反応容器（８）の外部において原料ガスを

最高温度まで加熱した後に反応容器（８）内の種結晶となる炭化珪素単結晶基板（９）に送り、前記最高温度よりも低い種結晶となる炭化珪素単結晶基板（９）から炭化珪素単結晶（２１）を成長させる炭化珪素単結晶の製造装置であって、前記吸収材（１９，３０）の移動方向は、未反応ガスを吸収した箇所が真空容器（１）の内部での最高温度となる部位から離れて低温となる方向であることを特徴とする炭化珪素単結晶の製造装置。

【請求項５】 請求項４に記載の炭化珪素単結晶の製造装置において、

前記吸収材（３０）の移動方向である最高温度となる部位から離れて低温となる方向は、真空容器（１）の内部での最高温度となる部位を通して種結晶となる炭化珪素単結晶基板（９）の配置位置から離れる方向であることを特徴とする炭化珪素単結晶の製造装置。

【請求項６】 請求項３～５のいずれか１項に記載の炭化珪素単結晶の製造装置において、

吸収材（１９，３０）の移動速度は、 $1 \sim 100 \text{ mm/hr}$ であることを特徴とする炭化珪素単結晶の製造装置。

【請求項７】 請求項２に記載の炭化珪素単結晶の製造装置において、

筒状をなす真空容器（１）内において真空容器（１）の軸方向に原料ガスを反応容器（８）内を通過するように流すとともに、反応容器（８）の外部における反応容器（８）の未反応ガスの排出口（８ｂ）の周囲に反応容器（８）から排出された未反応ガスを固体に状態変化させて吸収する吸収材（４１，４２）を配置したことを特徴とする炭化珪素単結晶の製造装置。

【請求項８】 請求項２～７のいずれか１項に記載の炭化珪素単結晶の製造装置において、

吸収材は、カーボン断熱材、多孔質カーボン、カーボン板材、炭化珪素板材、タンタル板材、炭化タンタル板材のうちのいずれかよりなることを特徴とする炭化珪素単結晶の製造装置。

【請求項９】 真空容器（１）の内部において断熱材（７，１１，１６）にて囲まれた状態で反応容器（８）が配置され、その反応容器（８）の内部に種結晶となる炭化珪素単結晶基板（９）を配置し、反応容器（８）内に、Siを含有

するガスとCを含有するガスとを含む原料ガスを導入することにより、前記種結晶となる炭化珪素単結晶基板（9）から炭化珪素単結晶（21）を成長させる炭化珪素単結晶の製造装置であって、

真空容器（1）の内部での反応容器（8）の未反応ガスの排出口（8a）から真空容器（1）に設けた未反応ガスの排気管（13）までのガス流路における断熱材（7，11）で囲まれ、かつ温度が徐々に下がる箇所に、未反応ガス成分を析出する空間（S1）を設けたことを特徴とする炭化珪素単結晶の製造装置。

【請求項10】 請求項9に記載の炭化珪素単結晶の製造装置において、反応容器（8）の未反応ガスの排出口（8a）が、真空容器（1）の内部での最高温度となる部位よりも、真空容器（1）に設けた未反応ガスの排気管（13）側に位置していることを特徴とする炭化珪素単結晶の製造装置。

【請求項11】 請求項9に記載の炭化珪素単結晶の製造装置において、真空容器（1）の内部での反応容器（8）の未反応ガスの排出口（8a）から真空容器（1）に設けた未反応ガスの排気管（13）までのガス流路が真空容器（1）の内部での最高温度となる部位を通っており、反応容器（8）の未反応ガスの排出口（8a）から前記未反応ガス成分を析出する空間（S1）までのガス流路における原料ガス加熱用部材（12）が露出する部位に断熱材（70）を配置したことを特徴とする炭化珪素単結晶の製造装置。

【請求項12】 請求項9に記載の炭化珪素単結晶の製造装置において、未反応ガス成分を析出する空間（S1）に対し、不活性ガスを、真空容器（1）の排気管（13）に向かうように流すようにしたことを特徴とする炭化珪素単結晶の製造装置。

【請求項13】 請求項12に記載の炭化珪素単結晶の製造装置において、前記不活性ガスに結晶核を混入させて未反応ガス成分を析出する空間（S1）に散布するようにしたことを特徴とする炭化珪素単結晶の製造装置。

【請求項14】 請求項13に記載の炭化珪素単結晶の製造装置において、結晶核は高融点材料の微粉末であることを特徴とする炭化珪素単結晶の製造装置。

【請求項15】 請求項14に記載の炭化珪素単結晶の製造装置において、

高融点材料は、炭化珪素またはタンタルまたは炭化タンタルまたはカーボンであることを特徴とする炭化珪素単結晶の製造装置。

【請求項 16】 請求項 9～15 のいずれか 1 項に記載の炭化珪素単結晶の製造装置において、

未反応ガス成分を析出する空間（S1）を構成する断熱材（7, 11）の表面に気密シート（50, 51）を設けたことを特徴とする炭化珪素単結晶の製造装置。

【請求項 17】 請求項 16 に記載の炭化珪素単結晶の製造装置において、気密シート（50, 51）は、黒鉛製またはタンタル製または炭化タンタル製のシートであることを特徴とする炭化珪素単結晶の製造装置。

【請求項 18】 真空容器（1）の内部において断熱材（7, 11, 16）にて囲まれた状態で反応容器（8）が配置され、その反応容器（8）の内部に種結晶となる炭化珪素単結晶基板（9）を配置し、反応容器（8）内に、Si を含有するガスと C を含有するガスとを含む原料ガスを導入することにより、前記種結晶となる炭化珪素単結晶基板（9）から炭化珪素単結晶（21）を成長させる炭化珪素単結晶の製造装置であって、

真空容器（1）の内部での反応容器（8）の未反応ガスの排出口（8a）から真空容器（1）に設けた未反応ガスの排気管（13）までのガス流路における温度が徐々に下がる箇所に、未反応ガス成分分析出器（80）を設け、未反応ガス成分分析出器（80）での断熱材（81）で囲まれた空間（S10）にて未反応ガス成分を析出することを特徴とする炭化珪素単結晶の製造装置。

【請求項 19】 請求項 18 に記載の炭化珪素単結晶の製造装置において、前記未反応ガス成分分析出器（80）は、断熱材（81）で囲まれた空間（S10）の外周面に気密シート（83）を設けたことを特徴とする炭化珪素単結晶の製造装置。

【請求項 20】 請求項 18 に記載の炭化珪素単結晶の製造装置において、未反応ガス成分分析出器（80）を振動させるようにしたことを特徴とする炭化珪素単結晶の製造装置。

【発明の詳細な説明】

## 【0 0 0 1】

## 【発明の属する技術分野】

本発明は、炭化珪素単結晶の製造方法および製造装置に関するものである。

## 【0 0 0 2】

## 【従来の技術】

炭化珪素単結晶は、高耐圧、高電子移動度という特徴を有するため、パワーデバイス用半導体基板として期待されている。炭化珪素単結晶には、一般に昇華法（改良レーリー法）と呼ばれる単結晶成長方法が用いられる。改良レーリー法は、黒鉛製ルツボ内に炭化珪素原料を挿入するとともに、この原料部と対向するように種結晶を配置し、原料部を 2 2 0 0 ～ 2 4 0 0 ℃ に加熱して昇華ガスを発生させ、原料部より数十～数百℃低温にした種結晶に再結晶化させることで炭化珪素単結晶を成長させるものである。この改良レーリー法では、炭化珪素単結晶の成長に伴って炭化珪素原料が減少するため、成長させることができる量に限界がある。たとえば、成長途中に原料を追加する手段をとったとしても、S i C が昇華する際に S i / C 比が 1 を超える比で昇華するため、成長中に原料を追加するとルツボ内の昇華ガスの濃度が揺らぎ、結晶を連続的に高品質に作製することの障害となってしまう。

## 【0 0 0 3】

一方、C V D によって炭化珪素をエピタキシャル成長させる技術が、特許文献 1 に開示されている。図 1 3 はこの技術を用いた製造装置の概略断面図である。図 1 3 に示すように、円筒形状のケース 1 0 0 の中央付近に円筒形状のサセプタ 1 0 1 を配置している。このサセプタ 1 0 1 は高純度の黒鉛等からなる。サセプタ 1 0 1 の上端面には種結晶となる炭化珪素単結晶基板 1 0 2 が配置されている。ケース 1 0 0 の外部におけるサセプタ 1 0 1 の外周に相当する位置には、サセプタ 1 0 1 内の気体を加熱するための加熱手段 1 0 3 が配置されている。サセプタ 1 0 1 の周囲には断熱材 1 0 4 が充填されている。そして、サセプタ 1 0 1 の下端において、この断熱材 1 0 4 によって漏斗状の通路 1 0 5 が形成されている。ケース 1 0 0 の下端には、炭化珪素単結晶の成長に必要な S i や C を含有する原料ガスを供給する原料ガス導入管 1 0 6 が配置されている。また、サセプタ 1



0 1 の上端面にはガスが排気される通路 1 0 7 が形成されており、ケース 1 0 0 の上部にはケース 1 0 0 の外部に繋がるガス通路 1 0 8 が形成されている。このような構成の製造装置では、原料ガス導入管 1 0 6 から供給された原料ガスが断熱材 1 0 4 により形成された通路 1 0 5 を通ってサセプタ 1 0 1 内に移動し、原料ガスが加熱手段 1 0 3 により加熱されて種結晶（1 0 2）から炭化珪素単結晶がエピタキシャル成長される。そして、ガスは、サセプタ 1 0 1 の上端面の通路 1 0 7 を通り、ケース 1 0 0 の上部に形成された通路 1 0 8 を通って排気される。

#### 【0 0 0 4】

ところが、サセプタ 1 0 1 内で結晶成長に寄与しなかった原料ガス（未反応ガス）が断熱材 1 0 4 に吸収され、炭化珪素多結晶が析出し、断熱材 1 0 4 の断熱性能を劣化させる問題がある。また、排気経路の途中で多結晶が析出して詰まりが生じ原料ガスの供給が止まり、連続成長ができなくなる。

#### 【0 0 0 5】

##### 【特許文献 1】

特表平 1 1 - 5 0 8 5 3 1 号公報

#### 【0 0 0 6】

##### 【発明が解決しようとする課題】

本発明はこのような背景の下になされたものであり、その目的は、新規な構成にて高品質な炭化珪素単結晶を製造することができる炭化珪素単結晶の製造方法および製造装置を提供することにある。

#### 【0 0 0 7】

##### 【課題を解決するための手段】

請求項 1 に記載の炭化珪素単結晶の製造方法は、真空容器の内部において、反応容器から排出された未反応ガスが断熱材に吸収される前に気体から固体に状態変化させて除去するようにしたことを特徴としている。これより、断熱材に未反応ガスが吸収されることが抑制され、断熱材の断熱性能の劣化を回避して結晶成長条件を安定化することができる。また、反応容器から排出されたガスの経路途中において未反応ガスが冷えて析出し詰まることが抑制され、原料ガスを安定供

給することができる。これらのことにより、高品質の単結晶を製造することができる。

#### 【0 0 0 8】

そのために、請求項 2 に記載の炭化珪素単結晶の製造装置を用いる。つまり、真空容器の内部において、反応容器の未反応ガスの排出口と断熱材との間に、反応容器から排出された未反応ガスを固体に状態変化させて吸収する吸収材を配置した炭化珪素単結晶の製造装置を使用する。これにより、反応容器から排出された未反応ガスが、反応容器の未反応ガスの排出口と断熱材との間において吸収材に固体に状態変化して吸収される。その結果、請求項 1 に記載の効果が得られる。

#### 【0 0 0 9】

請求項 3 に記載のように、成長中に吸収材を移動させて吸収材における未反応ガスを吸収する部位を変更すると、未反応ガスを吸収する部位をフレッシュな面とすることができ、吸収性に優れたものとなる。

#### 【0 0 1 0】

請求項 4 に記載のように、真空容器内に、S i を含有するガスと C を含有するガスとを含む原料ガスを導入して、真空容器内での反応容器の外部において原料ガスを最高温度まで加熱した後に反応容器内の種結晶となる炭化珪素単結晶基板に送り、前記最高温度よりも低い種結晶となる炭化珪素単結晶基板から炭化珪素単結晶を成長させる炭化珪素単結晶の製造装置であって、吸収材の移動方向は、未反応ガスを吸収した箇所が真空容器の内部での最高温度となる部位から離れて低温となる方向であると、吸収物が昇華（気化）することを回避することができる。特に、請求項 5 に記載のように、吸収材の移動方向である最高温度となる部位から離れて低温となる方向は、真空容器の内部での最高温度となる部位を通過して種結晶となる炭化珪素単結晶基板の配置位置から離れる方向であると、種結晶から離れる方向、即ち、成長空間の周囲を横切らないので、成長空間の温度分布に変化を与えず、安定した成長条件が得られ、結晶品質が安定する。

#### 【0 0 1 1】

請求項 6 に記載のように、吸収材の移動速度は、1 ～ 1 0 0 mm / h r である

と、実用上好ましい。

請求項 7 に記載のように、筒状をなす真空容器内において真空容器の軸方向に原料ガスを反応容器内を通過するように流すとともに、反応容器の外部における反応容器の未反応ガスの排出口の周囲に反応容器から排出された未反応ガスを固体に状態変化させて吸収する吸収材を配置すると、吸収材の大きさを小さくでき、また交換も容易となり、実用上好ましい。

#### 【0012】

請求項 8 に記載のように、吸収材は、カーボン断熱材、多孔質カーボン、カーボン板材、炭化珪素板材、タンタル板材、炭化タンタル板材のうちのいずれかよりなると、実用上好ましい。

#### 【0013】

また、請求項 9 に記載の炭化珪素単結晶の製造装置を用いる。つまり、真空容器の内部での反応容器の未反応ガスの排出口から真空容器に設けた未反応ガスの排気管までのガス流路における断熱材で囲まれ、かつ温度が徐々に下がる箇所に、未反応ガス成分を析出する空間を設けた炭化珪素単結晶の製造装置を使用する。これにより、反応容器から排出された未反応ガスが、反応容器の未反応ガスの排出口よりも下流側の断熱材で囲まれたガス流路での空間において温度が徐々に下がり未反応ガス成分が析出する。その結果、請求項 1 に記載の効果が得られる。

#### 【0014】

請求項 10 に記載のように、反応容器の未反応ガスの排出口が、真空容器の内部での最高温度となる部位よりも、真空容器に設けた未反応ガスの排気管側に位置しているとよい。

#### 【0015】

請求項 11 に記載のように、真空容器の内部での反応容器の未反応ガスの排出口から真空容器に設けた未反応ガスの排気管までのガス流路が真空容器の内部での最高温度となる部位を通過しており、反応容器の未反応ガスの排出口から未反応ガス成分を析出する空間までのガス流路における原料ガス加熱用部材が露出する部位に断熱材を配置するとよい。

**【0 0 1 6】**

請求項 1 2 に記載のように、未反応ガス成分を析出する空間に対し、不活性ガスを、真空容器の排気管に向かうように流すと、析出物を排出する上で好ましい。

**【0 0 1 7】**

請求項 1 3 に記載のように、不活性ガスに結晶核を混入させて未反応ガス成分を析出する空間に散布すると、未反応ガス成分を析出しやすくなる。

請求項 1 4 に記載のように、結晶核は高融点材料の微粉末であり、請求項 1 5 に記載のように、高融点材料は、炭化珪素またはタンタルまたは炭化タンタルまたはカーボンであると、実用上好ましい。

**【0 0 1 8】**

請求項 1 6 に記載のように、未反応ガス成分を析出する空間を構成する断熱材の表面に気密シートを設けると、気密シートにより未反応ガスが断熱材に接触するのを防止して断熱材での析出を回避することができる。請求項 1 7 に記載のように、気密シートは、黒鉛製またはタンタル製または炭化タンタル製のシートであると、実用上好ましい。

**【0 0 1 9】**

また、請求項 1 8 に記載の炭化珪素単結晶の製造装置を用いる。つまり、真空容器の内部での反応容器の未反応ガスの排出口から真空容器に設けた未反応ガスの排気管までのガス流路における温度が徐々に下がる箇所に、未反応ガス成分分析器を設け、未反応ガス成分分析器での断熱材で囲まれた空間にて未反応ガス成分を析出する炭化珪素単結晶の製造装置を使用する。これにより、反応容器から排出された未反応ガスが、反応容器の未反応ガスの排出口よりも下流側のガス流路に設けた未反応ガス成分分析器での断熱材で囲まれた空間において温度が徐々に下がり未反応ガス成分が析出する。その結果、請求項 1 に記載の効果が得られる。

**【0 0 2 0】**

請求項 1 9 に記載のように、未反応ガス成分分析器は、断熱材で囲まれた空間の外周面に気密シートを設けたものであると、気密シートにより未反応ガスが反

応容器の周囲に配した断熱材に接触するのを防止して当該断熱材での析出を回避することができる。

#### 【0 0 2 1】

請求項 2 0 に記載のように、未反応ガス成分析出器を振動させると、析出物を払い落とすことができる。

#### 【0 0 2 2】

##### 【発明の実施の形態】

##### （第 1 の実施の形態）

以下、この発明を具体化した第 1 の実施の形態を図面に従って説明する。

#### 【0 0 2 3】

図 1 には、本実施形態における炭化珪素単結晶の製造装置の概略断面図を示す。

図 1 において、本装置には真空容器 1 が備えられ、真空容器 1 は円筒部材 2，3 と蓋材（フランジ）4，5，6 からなる。円筒部材 2，3 は立設した状態で上下に配設されている。円筒部材 2 の上端開口部は上部蓋材（フランジ）4 にて塞がれるとともに、円筒部材 2 の下面開口部は下部蓋材（フランジ）5 を介して円筒部材 3 が連結されている。円筒部材 2 の内部と円筒部材 3 の内部とは連通している。円筒部材 3 の下面開口部は下部蓋材（フランジ）6 にて塞がれている。

#### 【0 0 2 4】

真空容器 1 の内部には、円筒状をなす断熱材 7 が円筒部材 2 の内壁に沿うように配置されている。断熱材 7 の内方には、有蓋円筒状をなす反応容器 8 が配置されている。即ち、反応容器 8 は、全体として円筒状をなし、その上面は塞がれるとともに下面は開口している。反応容器 8 内での天井面には、種結晶となる炭化珪素単結晶基板 9 が下向きにして配置されている。断熱材 7 と反応容器 8 に関して、反応容器 8 の側面において断熱材 7 が所定の間隔をおいて離間して配置されている。

#### 【0 0 2 5】

下部蓋材（フランジ）6 の中央部には原料ガス導入管 1 0 が接続され、この導入管 1 0 を通して原料ガスが真空容器 1 内に導入される。この原料ガスとしては

、具体的には例えば、モノシラン（Si を含有するガス）とプロパン（C を含有するガス）とキャリアガスを所定の割合で混合したものが使用される。一方、円筒部材 3 の側面には排気管 1 3 が接続されている。

#### 【0 0 2 6】

真空容器 1 の内部において、反応容器 8 の下方には断熱材 1 1 が配置されている。断熱材 1 1 には原料ガス供給通路 1 1 a が形成され、ここに原料ガス導入管 1 0 からの原料ガスが導入され、この通路 1 1 a を通って上方の反応容器 8 に向かって排出される。

#### 【0 0 2 7】

真空容器 1 の内部において、断熱材（原料ガス供給部）1 1 の上端部には有底円筒状の筒体 1 2 が立設した状態で配置され、筒体 1 2 の底面にはその中央部にガス通過用透孔（原料ガス供給通路）1 2 a が形成されている。そして、断熱材 1 1 の原料ガス供給通路 1 1 a からの原料ガスが透孔 1 2 a を通して筒体 1 2 の内部に導入される。

#### 【0 0 2 8】

この筒体 1 2 は反応容器 8 の下端開口部に配置されている。つまり、反応容器 8 と筒体 1 2 の位置関係として、筒体 1 2 に対して、有蓋円筒状をなす反応容器 8 を、反応容器 8 の下端開口部側から被せるように配置している。このとき、筒体 1 2 の外周面と反応容器 8 の内周面とは所定の距離だけ離間している。また、筒体 1 2 の上端と反応容器 8 の天井面とは離間している。

#### 【0 0 2 9】

一方、前述の上部蓋材（フランジ）4 の中央部には、パイプ材 1 4 が貫通した状態で固定されている。パイプ材 1 4 は真空容器 1 内において上下方向に延びている。パイプ材 1 4 の下端には反応容器 8 の上面が密着した状態で固設されており、パイプ材 1 4 に反応容器 8 が連結支持されている。反応容器 8 の上面には連結部材 1 5 を介して断熱材 1 6 が配置されている。断熱材 1 6 は反応容器 8 の上面を覆うように形成されている。このように、真空容器 1 の内部において反応容器 8 が断熱材 7, 1 1, 1 6 にて囲まれた状態で配置されている。

#### 【0 0 3 0】

また、反応容器 8 を支持するパイプ材 14 の内部を通して不活性ガスが導入される。連結部材 15 にはガス通路 15a が形成され、ガス通路 15a を通してパイプ材 14 の内部の不活性ガスが真空容器 1 内に導入される。

#### 【0031】

図 1 において炭化珪素単結晶基板（種結晶）9 の配置高さにおける真空容器 1 の外周部には高周波誘導コイル（RF コイル）17 が巻回され、同コイル 17 を通電することにより成長時において炭化珪素単結晶基板（種結晶）9 を加熱することができるようになっている。

#### 【0032】

また、真空容器 1 の外周部における前記高周波誘導コイル 17 の下方には高周波誘導コイル（RF コイル）18 が巻回され、同コイル 18 を通電することにより筒体 12 の内部を通過する原料ガスを加熱することができるようになっている。ここで、下側のコイル 18 の上下方向での中央が筒体 12 の配置高さになっており、この高さが最高温度に加熱する高さである。そして、高周波誘導コイル（RF コイル）17、18 と筒体 12 によって加熱装置（高周波誘導加熱装置）が構成され、種結晶となる炭化珪素単結晶基板 9 への原料ガスを種結晶となる炭化珪素単結晶基板 9 での温度よりも高くなるように加熱する。

#### 【0033】

また、反応容器 8 は、加熱装置（12、17、18）により加熱した原料ガスを用いて種結晶となる炭化珪素単結晶基板 9 から結晶成長させた後の成長に寄与しなかった原料ガス（未反応ガス）を再び上流側に戻す構造の反応容器となっている。詳しくは、図 1 において上下方向での温度分布で示すように反応容器 8 内において種結晶となる炭化珪素単結晶基板 9 に向かって温度が下がる温度勾配を有し、反応容器 8 内において原料ガスが種結晶となる炭化珪素単結晶基板 9 に到達した後、原料ガスが反応容器 8 の内壁に沿って排出される。つまり、有蓋円筒状をなす反応容器 8 の開口部から原料ガスを反応容器 8 の中央部において導入して種結晶となる炭化珪素単結晶基板 9 に到達後、反応容器 8 の内壁に沿って上流側に戻り、反応容器 8 の開口部（未反応ガスの排出口 8a）から下流側に流れる。原料ガスの流れについてさらに言及すると、原料ガスは、断熱材 11 の原料ガ

ス供給通路 11a から供給され、筒体 12 の透孔 12a、筒体 12 の内部を経て反応容器 8 の内部に入り、種結晶となる炭化珪素単結晶基板 9 に至る。さらに、向きを変えて筒体 12 の外周面と反応容器 8 の内周面との間を通過して反応容器 8 の開口部における筒体 12 の外周側の未反応ガスの排出口 8a から反応容器 8 の外部に至る。そして、反応容器 8 の未反応ガスの排出口 8a から円筒部材 3 の側面に接続した排気管 13 に向かうことになる。

#### 【0034】

また、真空容器 1 の内部において反応容器 8 の外周側と断熱材 7 の内面との間には、円筒状の吸収材 19 が配置されている。つまり、反応容器 8 の未反応ガスの排出口 8a と断熱材 7 との間に吸収材 19 が配置されている。吸収材 19 は、カーボン断熱材、多孔質カーボン、カーボン板材（特に薄板）、炭化珪素板材（特に薄板）、タンタル板材（特に薄板）、炭化タンタル板材（特に薄板）のうちのいずれかよりなる。吸収材 19 は、反応容器 8 から排出された未反応ガスを固体に状態変化させて吸収するためのものである。円筒状の吸収材 19 は、図 1 において上端が断熱材 16 の下面の高さにあり、下端が円筒部材 3 内（断熱材 7 の下端部より下方）に位置している。吸収材 19 は支持棒 20 により吊り下げられており、支持棒 20 を引き上げることで吸収材 19 を上方に移動させることができるようになっている。

#### 【0035】

反応容器 8 の未反応ガスの排出口 8a から排出されたガスは、筒体 12 の外周面と吸収材 19 の内周面との間を通過し、さらに断熱材 11 の外周面と吸収材 19 の内周面との間から排気管 13 に向かう。一方、パイプ材 14 を通して導入された不活性ガスは連結部材 15 のガス通路 15a を通して反応容器 8 の上面と断熱材 16 の下面の間に入る。さらに、この不活性ガスは反応容器 8 の上面と断熱材 16 の下面の間から反応容器 8 の外周面と吸収材 19 の内周面との間を下方に流れ、筒体 12 の外周面と吸収材 19 の内周面との間に至り原料ガス（未反応ガス）と共に排気管 13 に向かう。

#### 【0036】

次に、炭化珪素単結晶の製造方法について説明する。



反応容器 8 の内部に種結晶となる炭化珪素単結晶基板 9 を配置し、反応容器 8 内に、Si を含有するガスと C を含有するガスとを含む原料ガスを導入する。これにより、図 2 に示すように、種結晶となる炭化珪素単結晶基板 9 から炭化珪素単結晶 21 が成長する。

#### 【0037】

より詳しくは、反応容器 8 の内部に種結晶となる炭化珪素単結晶基板 9 を配置し、真空容器 1 内に、Si を含有するガスと C を含有するガスとを含む原料ガスを導入して、真空容器 1 内での反応容器 8 の外部において原料ガスを最高温度まで加熱した後、反応容器 8 内の種結晶となる炭化珪素単結晶基板 9 に送る。これにより、最高温度よりも低い種結晶となる炭化珪素単結晶基板 9 から炭化珪素単結晶 21 が成長する。

#### 【0038】

この成長時において、吸収材 19 が上方に  $1 \sim 100 \text{ mm/h r}$  の速度で移動する。詳しくは、成長中に  $10 \text{ mm/h r}$  程度の速度で上方に引き上げられる。即ち、図 2 の状態から図 3 の状態へと吸収材 19 が引き上げられる。よって、結晶成長に寄与しなかった原料ガス（未反応ガス）が反応容器 8 の内部から未反応ガスの排出口 8a を通って排出されるときに、未反応ガスは固体に状態変化して吸収材 19 に吸収され、炭化珪素多結晶 22 が析出する。即ち、真空容器 1 の内部において、反応容器 8 から排出された未反応ガスが断熱材 7、11 に吸収される前に気体から固体に状態変化して除去される。これにより、断熱材 7 に吸収される炭化珪素多結晶の量を大幅に低減でき、断熱材 7 の断熱性能の劣化を防止できる。特に、成長中に吸収材 19 を移動させて吸収材 19 における未反応ガスを吸収する部位を変更する。

#### 【0039】

断熱材 7 の性能が一定であると、反応容器 8 及び筒体（原料ガス加熱容器）12 の温度と温度分布が一定となり、成長条件の時間変化がなくなる。また、吸収材 19 を上方に一定速度で移動することにより、炭化珪素多結晶 22 の析出する場所が移動し、吸収材 19 全体の広い領域で析出できるようになり、吸収量が増加し、長時間に渡り一定した成長条件を保つことができる。これにより、炭化珪

素単結晶インゴット（2 1）の成長長さを大きく、かつ高品質にできる。

#### 【0 0 4 0】

また、上部から不活性ガスを吸収材 1 9 と反応容器 8 との間及び吸収材 1 9 と下側断熱材 1 1 との間に流すことにより、未反応ガスの排出経路の詰まりを防止することができる。

#### 【0 0 4 1】

さらに、図 1 に示すごとく、ガスの経路を反応容器 8 内で反転させる構成とし、筒体（原料ガス加熱容器）1 2 の最高温度部位は筒体 1 2 の下半分に位置し、一方、反応容器の未反応ガスの排出口 8 a は筒体 1 2 の上半分に位置する。これより、反応容器 8 の高温部からガスを排出することにより反応容器 8 の未反応ガスの排出口 8 a での詰まりを防止することができる。また、吸収材 1 9 は上方に移動するが、吸収材 1 9 の移動方向は、未反応ガスを吸収した箇所が真空容器 1 の内部での最高温度となる部位から離れて低温となる方向である。こうすることで、炭化珪素多結晶 2 2 は最高温度部位を通過せず、炭化珪素多結晶 2 2 の再昇華を防ぐとともに筒体 1 2 の温度変動を最小に抑えることができる。

#### 【0 0 4 2】

次に、図 4 に示した場合と比較して説明する。

ガスを原料とする炭化珪素単結晶成長の従来技術として、特許文献 1 が開示されている。この方法では、サセプタ（ルツボ）内で結晶成長に寄与しなかった原料ガスがサセプタ外へ排出され、サセプタ出口で詰まりを生じ、連続成長が困難である。

#### 【0 0 4 3】

この不具合を解決する一つの手法として、図 4 の場合には、ガスの経路を反応容器 8 内で反転させ、反応容器 8 の高温部からガスを排出することにより反応容器 8 の排出口 8 a での詰まりを防止できる。しかしながら、この方法では反応容器 8 内で結晶成長に寄与しなかった原料ガス（未反応ガス）が断熱材 7 に吸収され、炭化珪素多結晶 2 2 が析出し、断熱材 7 の断熱性能を劣化させる。断熱性能が劣化すると反応容器 8 の温度が低下するとともに温度分布が変化する。詳しくは、図 4 において最高温度位置での温度分布として、多結晶 2 2 の存在により筒

体 1 2 での温度が低下するとともに温度分布にズレが生じる。これにより、結晶成長条件が変化し、安定な成長が困難となり、結晶の品質を劣化させる。また、排気経路の途中で多結晶が析出して排出経路を塞ぎ（詰まりが生じ）、原料ガスの供給が止まり、連続成長ができなくなる。反応容器 8 内で原料ガスが 1 0 0 % 消費され、反応容器 8 の外へ排出される未反応ガスが無くなれば（収率 1 0 0 % ）、不具合は回避できるが、実際には 1 0 0 % の収率を得るのは困難である。従って、反応容器 8 の外にて未反応ガスを処理して断熱材 7 の劣化を防止する必要がある。

#### 【 0 0 4 4 】

これに対し、本実施形態（図 1， 2， 3）においては、断熱材 7 と反応容器 8 の間に上方に移動可能に支持された吸収材 1 9 を配置している。よって、図 4 においては断熱材 7 に析出していた炭化珪素多結晶 2 2 は本実施形態では吸収材 1 9 に析出し、断熱材 7 へはほとんど析出しなくなる。これにより、断熱性能は劣化しないため、反応容器 8 と筒体（原料ガス加熱容器） 1 2 共に温度低下及び温度分布の変化がなくなり、成長条件が一定になり結晶の品質が劣化することはない。また、吸収材 1 9 を上方向へ一定速度で移動することにより炭化珪素多結晶 2 2 の析出する場所が移動し、吸収材 1 9 全体の広い領域で析出できるようになり、吸収量が増加し、長時間に渡り一定した成長条件を保つことができる。これにより、炭化珪素単結晶インゴット（2 1）の成長長さを大きく、かつ高品質にできる。また、図 4 においては排出経路の狭い箇所では炭化珪素多結晶が析出し、詰まりを生じるが、吸収材 1 9 が移動することにより、詰まりの発生を防止でき、原料の供給が中断することなく連続成長が可能となる。

#### 【 0 0 4 5 】

以上のように、断熱材 7 に未反応ガスが吸収されることが抑制され、断熱材 7 の断熱性能の劣化を回避して結晶成長条件を安定化することができる。また、反応容器 8 から排出されたガスの経路途中において未反応ガスが冷えて析出し詰まることが抑制され、原料ガスを安定供給することができる。これらのことにより、高品質の単結晶を製造することができる。特に、成長中に吸収材 1 9 を移動させて吸収材 1 9 における未反応ガスを吸収する部位を変更することにより、未反

応ガスを吸収する部位をフレッシュな面とすることができ、吸収性に優れたものとなる。ここで、吸収材 19 の移動方向は、未反応ガスを吸収した箇所が真空容器 1 の内部での最高温度となる部位から離れて低温となる方向であると、吸収物が昇華（気化）することを回避することができる。

（第 2 の実施の形態）

次に、第 2 の実施の形態を、第 1 の実施の形態との相違点を中心に説明する。

#### 【0046】

図 5 には、本実施形態における炭化珪素単結晶の製造装置の概略断面図を示す。

断熱材 7 と反応容器 8 の間に、下方に移動可能に支持された吸収材 30 を配置している。吸収材 30 は支持棒 31 により吊り下げられている。反応容器 8 の未反応ガスの排出口 8a は筒体（原料ガス加熱容器）12 の下端に位置している。吸収材 30 の移動速度は、 $1 \sim 100 \text{ mm/hr}$  である。本実施形態では、成長中に  $10 \text{ mm/hr}$  程度の速度で下方に移動させる。このようにして、吸収材 30 の移動方向である最高温度となる部位から離れて低温となる方向は、真空容器 1 の内部での最高温度となる部位を通して種結晶となる炭化珪素単結晶基板 9 の配置位置から離れる方向である。

#### 【0047】

そして、結晶成長に寄与しなかった原料ガス（未反応ガス）が反応容器 8 の内部から排出口 8a を通って排出され、この未反応ガスは吸収材 30 に吸収され、炭化珪素多結晶 32 が析出する。これにより、断熱材 7 に吸収される炭化珪素多結晶の量を大幅に低減でき、断熱材 7 の断熱性能の劣化を防止できる。断熱材 7 の性能が一定であると、反応容器 8 及び筒体（原料ガス加熱容器）12 の温度と温度分布が一定となり、成長条件の時間変化がなくなる。

#### 【0048】

また、図 6 に示すように、吸収材 30 を下方に一定速度で移動することにより炭化珪素多結晶 32 の析出する場所が移動し、吸収材 30 全体の広い領域で析出できるようになり、吸収量が増加し、長時間に渡り一定した成長条件を保つことができる。これにより、炭化珪素単結晶インゴット（21）の成長長さを大きく

、かつ高品質にできる。

#### 【0049】

さらに、図5に示すごとく、反応容器8の未反応ガスの排出口8aは筒体（原料ガス加熱容器）12の下端に位置することにより吸収材30に吸収される炭化珪素多結晶32の析出する位置が筒体（原料ガス加熱容器）12での最高温度位置より下になる。吸収材30は下方に移動するので、析出した炭化珪素多結晶32は反応容器8と筒体（原料ガス加熱容器）12より常に下側に位置することになり、温度の低い場所に移動することになる。これにより、炭化珪素多結晶32が高温で再昇華することがないので、反応容器8及び真空容器1の雰囲気汚すことがなく、炭化珪素単結晶インゴット（21）を高品質に成長できる。また、炭化珪素多結晶32が反応容器8と筒体（原料ガス加熱容器）12の温度分布に影響を与えることがなくなり、より精密な温度制御が可能となる。このようにして、吸収材30の移動方向である最高温度となる部位から離れて低温となる方向は、真空容器1の内部での最高温度となる部位を通して種結晶となる炭化珪素単結晶基板9の配置位置から離れる方向であると、種結晶（9）から離れる方向、即ち、成長空間の周囲を横切らないので、成長空間の温度分布に変化を与えず、安定した成長条件が得られ、結晶品質が安定する。

#### （第3の実施の形態）

次に、第3の実施の形態を、第1の実施の形態との相違点を中心に説明する。

#### 【0050】

図7には、本実施形態における炭化珪素単結晶の製造装置の概略断面図を示す。

反応容器8の上部に透孔（排出口8b）が設けられるとともに、反応容器8の上面において透孔（排出口8b）を囲うように吸収材41、42を配置している。吸収材42にはパイプ材14が貫通しており、この吸収材42におけるパイプ材14の貫通部にはガス通路42aが形成されている。また、真空容器1の構成として円筒部材2の上にフランジ（4）を介して円筒部材43を配置している。円筒部材2の内部と円筒部材43の内部とは連通している。さらに、円筒部材43の上端開口部をフランジ44で塞いでいる。円筒部材43には排気管45を設

けている。よって、未反応ガスは、排出口 8 b とガス通路 4 2 a を通して排気管 4 5 に向かうことになる。このようにして、筒状をなす真空容器 1 内において真空容器 1 の軸方向に原料ガスを反応容器 8 内を通過するように流すとともに、反応容器 8 の外部における反応容器 8 の未反応ガスの排出口 8 b の周囲に反応容器 8 から排出された未反応ガスを固体に状態変化させて吸収する吸収材 4 1, 4 2 を配置している。吸収材 4 1, 4 2 は、カーボン断熱材、多孔質カーボン、カーボン板材（特に薄板）、炭化珪素板材（特に薄板）、タンタル板材（特に薄板）、炭化タンタル板材（特に薄板）のうちのいずれかよりなる。

#### 【0051】

また、真空容器 1 の下部における円筒部材 3 には不活性ガス導入管 4 8 が設けられ、不活性ガス導入管 4 8 から不活性ガスが真空容器 1 内に導入される。この不活性ガスは断熱材 1 1 の外周部を通して筒体 1 2 の外周部に至り、さらに反応容器 8 の外周部を通して排気管 4 5 に向かう。

#### 【0052】

そして、結晶成長に寄与しなかった原料ガス（未反応ガス）が反応容器 8 の内部から排出口（透孔） 8 b を通って排出され、この未反応ガスは反応容器 8 の上部に設置された吸収材 4 1, 4 2 に吸収され、炭化珪素多結晶 4 6, 4 7 が析出する。これにより、断熱材 1 6 に吸収される炭化珪素多結晶の量を大幅に低減でき、断熱材 1 6 の断熱性能の劣化を防止できる。断熱材 1 6 の性能が一定であると、反応容器 8 及び筒体（原料ガス加熱容器） 1 2 の温度と温度分布が一定となり、成長条件の時間変化がなくなる。これにより、炭化珪素単結晶インゴット（21）の成長長さを大きく、かつ高品質にできる。

#### 【0053】

また、排気管 4 5 は真空容器 1 の上部に設置されているため、ほとんどの未反応ガスは排出口（透孔） 8 b を通過して排気管 4 5 から排出される。排出口 8 a から排出される量はわずかであり、断熱材 7 への炭化珪素多結晶の析出量は少なく抑えられる。

#### 【0054】

さらに、炭化珪素多結晶 4 6, 4 7 の析出する位置が反応容器 8 より上になる

ので、反応容器 8 と筒体（原料ガス加熱容器）12 の温度分布への炭化珪素多結晶 46, 47 の影響が減少し、より精密な温度制御が可能となる。

#### 【0055】

なお、排出口（透孔）8b が炭化珪素多結晶 46, 47 により閉塞しなければ排出口 8a は必ずしも必要でなく、反応容器 8 と筒体（原料ガス加熱容器）12 との間の隙間は閉じてよい。その場合は断熱材 7 への炭化珪素多結晶の析出はなくなる。

#### 【0056】

以上のように、真空容器 1 の軸方向に原料ガスを反応容器 8 内を通過するように流すとともに、反応容器 8 の外部における反応容器 8 の未反応ガスの排出口 8b の周囲に吸収材 41, 42 を配置することにより、吸収材の大きさを小さくでき、また交換も容易となる。

（第 4 の実施の形態）

次に、第 4 の実施の形態を、第 1 の実施の形態との相違点を中心に説明する。

#### 【0057】

図 8 には、本実施形態における炭化珪素単結晶の製造装置の概略断面図を示す。

反応容器 8 の未反応ガスの排出口 8a は筒体（原料ガス加熱容器）12 の下端に位置している。よって、反応容器 8 の未反応ガスの排出口 8a が、真空容器 1 の内部での最高温度となる部位よりも、真空容器 1 に設けた未反応ガスの排気管 13 側に位置している。また、断熱材 7 と断熱材 11 との間に空間（スペース）S1 が区画形成されている。つまり、真空容器 1 の内部での反応容器 8 の未反応ガスの排出口 8a から真空容器 1 に設けた未反応ガスの排気管 13 までのガス流路における断熱材 7, 11 で囲まれ、かつ温度が徐々に下がる箇所に、空間 S1 が設けられている。空間 S1 において未反応ガス成分が析出することになる。空間 S1 に関して詳しくは、空間（スペース）S1 の大きさは断熱材 7 と断熱材 11 との間の距離で表し、5 mm 以上としている。さらに、断熱材 7 と反応容器 8 との間の距離も 5 mm 以上としている。空間 S1 の大きさ（距離）を 5 mm 以上とすることにより、詰まりを防止することができる。

**【0058】**

また、断熱材 7 の内周面には気密シート 50 が設けられるとともに、断熱材 11 の外周面には気密シート 51 が設けられている。つまり、未反応ガス成分を析出する空間 S1 を構成する断熱材 7、11 の表面には気密シート 50、51 が設けられている。この気密シート 50、51 は、黒鉛製またはタンタル製または炭化タンタル製のシートである。

**【0059】**

さらに、未反応ガス成分を析出する空間 S1 に対し、不活性ガスを、上部から下方に向かうように、即ち、真空容器 1 の排気管 13 に向かうように流すようにしている（上部から不活性ガスを空間 S1 を通して流す）。これにより、不活性ガスが未反応ガスに混合されて下部に設けた排気管 13 から排気される。また、真空容器 1 の下部における円筒部材 3 の内部は析出物を貯めるストッカとなる。排気管 13 にはフィルター（図示略）を介して排気ポンプ（図示略）が接続されている。

**【0060】**

そして、結晶成長に寄与しなかった原料ガス（未反応ガス）が反応容器 8 の内部から排出口 8a を通って排出され、この未反応ガスは空間（スペース）S1 中で温度が下がることにより過飽和度が低下して粒子状固体 52 の形で析出し、排気の流れ及び重力によって真空容器 1 の下部に溜まる。粒子状固体 52 の一部は排気管 13 を通って外部に排出されフィルター（図示略）により捕捉される。また、アルゴンなどの不活性ガスを空間 S1 を通して流し、未反応ガスと混合させることにより上記粒子状固体 52 の析出が促進される。詳しくは、不活性ガスの混入により未反応ガスの濃度が下がり析出しやすくなる。

**【0061】**

また、未反応ガスは側面断熱材 7 の内側及び下側断熱材 11 の外側に設けた気密シート 50、51 を透過できないので、側面断熱材 7 及び下側断熱材 11 への炭化珪素多結晶の析出とそれに伴う断熱性能の劣化を防止できる。側面断熱材 7 の性能が一定であると、反応容器 8 及び筒体（原料ガス加熱容器）12 の温度と温度分布が一定となり、成長条件の時間変化がなくなる。これにより炭化珪素単



結晶インゴット（21）の成長長さを大きく、かつ高品質にできる。

#### 【0062】

以上のように、反応容器8から排出された未反応ガスが、反応容器8の未反応ガスの排出口8aよりも下流側の断熱材7, 11で囲まれたガス流路での空間S1において温度が徐々に下がり未反応ガス成分を析出させることができる。また、空間S1に対し不活性ガスを排気管13に向かうように流すことにより、析出物を排出する上で好ましい。さらに、気密シート50, 51により未反応ガスが断熱材7, 11に接触するのを防止して断熱材7, 11での析出を回避することができる。

#### （第5の実施の形態）

次に、第5の実施の形態を、第4の実施の形態との相違点を中心に説明する。

#### 【0063】

図9には、本実施形態における炭化珪素単結晶の製造装置の概略断面図を示す。

反応容器8の上面と断熱材16の下面の間における不活性ガスの通路において、蓋材61で塞いだチャンバー60に結晶核を配置している。そして、不活性ガスをチャンバー60内および蓋材61を通過させることにより、結晶核を空間（スペース）S1に散布するようにしている。つまり、不活性ガスに結晶核を混入させて未反応ガス成分を析出する空間S1に散布する。蓋材61には、貫通孔を有する部材や網状の部材を使用する。

#### 【0064】

そして、結晶成長に寄与しなかった原料ガス（未反応ガス）が反応容器8の内部から排出口8aを通過して排出され、この未反応ガスは空間S1中で粒子状固体62の形で析出するが、不活性ガスの流れにより空間S1に散布された結晶核を核として粒子状固体62の析出がより促進される（未反応ガス成分を析出し易くなる）。

#### 【0065】

析出した粒子状固体62は排気の流れ及び重力によって真空容器1の下部に溜まり、その一部は排気管13を通過して外部に排出されフィルター（図示略）によ

り捕捉される。これにより、側面断熱材 7 への炭化珪素多結晶の析出とそれに伴う断熱性能の劣化を防止できる。側面断熱材 7 の性能が一定であると、反応容器 8 及び筒体（原料ガス加熱容器） 1 2 の温度と温度分布が一定となり、成長条件の時間変化がなくなる。これにより、炭化珪素単結晶インゴット（2 1）の成長長さを大きく、かつ高品質にできる。

#### 【0 0 6 6】

チャンバー 6 0 内に配する結晶核は炭化珪素、タンタル、炭化タンタル、カーボンなどの高融点材料の微粉末を用いる。また、結晶核は粒径が  $1 \mu\text{m}$  以下のものを用いるとよい。

（第 6 の実施の形態）

次に、第 6 の実施の形態を、第 4 の実施の形態との相違点を中心に説明する。

#### 【0 0 6 7】

図 1 0 には、本実施形態における炭化珪素単結晶の製造装置の概略断面図を示す。

反応容器 8 の未反応ガスの排出口 8 a は筒体 1 2 の上半分に位置している。つまり、真空容器 1 の内部での反応容器 8 の未反応ガスの排出口 8 a から真空容器 1 に設けた未反応ガスの排気管 1 3 までのガス流路が真空容器 1 の内部での最高温度となる部位を通っている。また、反応容器 8 の未反応ガスの排出口 8 a から、未反応ガス成分を析出する空間 S 1 までのガス流路における筒体（原料ガス加熱用部材） 1 2 が露出する部位に断熱材 7 0 を配置している。詳しくは、筒体（原料ガス加熱容器） 1 2 の外周に密着して断熱材 7 0 を設置するとともに、反応容器 8 の外周に密着して断熱材 7 1 を設置している。また、上部から不活性ガスを空間 S 1 を通して流し、未反応ガスと混合させて下部に設けた排気管 1 3 から排気する。側面断熱材 7 と断熱材 7 1 の間の距離、側面断熱材 7 と断熱材 7 0 の間の距離、側面断熱材 7 と下側断熱材 1 1 の間の距離は、5 mm 以上である。

#### 【0 0 6 8】

そして、結晶成長に寄与しなかった原料ガス（未反応ガス）が反応容器 8 の内部から排出口 8 a を通って排出され、この未反応ガスは空間 S 1 中で粒子状固体 7 2 の形で析出し、排気の流れ及び重力によって真空容器 1 の下部に溜まる。粒

子状固体 72 の一部は排気管 13 を通って外部に排出されフィルター（図示略）により捕捉される。アルゴンなどの不活性ガスを空間 S1 を通して流し、未反応ガスと混合させることにより上記粒子状固体 72 の析出が促進される。

#### 【0069】

さらに、図 10 に A-A 線での温度分布で示したように、筒体（原料ガス加熱容器）12 と反応容器 8 の外周に密着して設置された断熱材 70, 71 によりその外周側の温度が低下し、粒子状固体 72 の析出が促進される。断熱材 7 の性能が一定であると、反応容器 8 及び筒体（原料ガス加熱容器）12 の温度と温度分布が一定となり、成長条件の時間変化がなくなる。これにより、炭化珪素単結晶インゴット（21）の成長長さを大きく、かつ高品質にできる。なお、断熱材 71 は無くてもよい。

（第 7 の実施の形態）

次に、第 7 の実施の形態を、第 1 の実施の形態との相違点を中心に説明する。

#### 【0070】

図 11 には、本実施形態における炭化珪素単結晶の製造装置の概略断面図を示す。

反応容器 8 の未反応ガスの排出口 8a は筒体（原料ガス加熱容器）12 の下端に位置している。よって、反応容器 8 の未反応ガスの排出口 8a は、真空容器 1 の内部での最高温度となる部位よりも真空容器 1 の排気管 13 側となっている。そして、真空容器 1 の内部での反応容器 8 の未反応ガスの排出口 8a から、真空容器 1 に設けた未反応ガスの排気管 13 までのガス流路における温度が徐々に下がる箇所に、円筒状の未反応ガス成分析出器 80 を設けている。即ち、側面断熱材 7 と反応容器 8 の下部との間、および、側面断熱材 7 と下側断熱材 11 との間に未反応ガス成分析出器 80 を配している。図 12 には、未反応ガス成分析出器 80 の拡大図を示す。未反応ガス成分析出器 80 は円筒状の断熱材 81 にて構成され、断熱材 81 において下面に開口する溝 82 が形成され、溝 82 の内部が空間（スペース）S10 となっている。この未反応ガス成分析出器 80 での断熱材 81 で囲まれた空間（スペース）S10 に未反応ガス成分が析出する。溝 82 の外周面には気密シート 83 が設けられている。即ち、未反応ガス成分析出器 80

は、断熱材 8 1 で囲まれた空間 S 1 0 の外周面に気密シート 8 3 を設けている。

【0 0 7 1】

未反応ガス成分分析出器 8 0 には外部から振動が加えられる。また、断熱材 1 1 の外周面にも気密シート 8 4 が設けられている。

そして、結晶成長に寄与しなかった原料ガス（未反応ガス）が反応容器 8 の内部から排出口 8 a を通って排出され、この未反応ガスは未反応ガス成分分析出器 8 0 の中で粒子状固体 8 5 の形で生成する。

【0 0 7 2】

生成した粒子状固体 8 5 は排気の流れ及び重力によって真空容器 1 の下部に溜まり、その一部は排気管 1 3 を通って外部に排出され、フィルター（図示略）により捕捉される。

【0 0 7 3】

さらに、未反応ガス成分分析出器 8 0 が振動することで粒子状固体 8 5 の落下が促進される。これにより、側面断熱材 7 への炭化珪素多結晶の析出とそれに伴う断熱性能の劣化を防止できる。側面断熱材 7 の性能が一定であると、反応容器 8 及び筒体（原料ガス加熱容器）1 2 の温度と温度分布が一定となり、成長条件の時間変化がなくなる。これにより、炭化珪素単結晶インゴット（2 1）の成長長さを大きく、かつ高品質にできる。

【0 0 7 4】

粒子化のメカニズムおよび粒子の排出に関して、図 1 2 に示すように、未反応ガス成分分析出器 8 0 の内壁から未反応ガスが断熱材 8 1 を通過して内部（溝 8 2 内）に進入する際に急激に温度が低下して空間（スペース）S 1 0 内で粒子状固体 8 5 を生成する。未反応ガス成分分析出器 8 0 内で生成した粒子状固体 8 5 の一部は気密シート 8 3 の表面に付着するが、未反応ガス成分分析出器 8 0 が振動するので、付着した粒子状固体 8 5 は落下して空間 S 1 0 内での詰まりを防止できる。また、空間 S 1 0 内の断熱材 8 1 に設置された気密シート 8 3 により未反応ガスは側面断熱材 7 には到達せず側面断熱材 7 への炭化珪素多結晶の析出とそれに伴う断熱性能の劣化を防止できる。つまり、気密シート 8 3 により未反応ガスが反応容器 8 の周囲に配した断熱材 7 に接触するのを防止して断熱材 7 での析出を

回避することができる。

#### 【0075】

以上のように、未反応ガス成分析出器（粒子生成器）80を設け、未反応ガス成分析出器80での断熱材81で囲まれた空間S10にて未反応ガス成分を析出する構成とした。これにより、反応容器8から排出された未反応ガスが、反応容器8の未反応ガスの排出口8aよりも下流側のガス流路に設けた未反応ガス成分析出器80での断熱材81で囲まれた空間S10において温度が徐々に下がり未反応ガス成分を析出させることができる。また、気密シート83により未反応ガスが断熱材7に接触するのを防止して断熱材7での析出を回避することができる。さらに、未反応ガス成分析出器80は振動できるので、析出物を払い落とすことができる。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】第1の実施形態における炭化珪素単結晶の製造装置の概略断面図。

【図2】成長時における炭化珪素単結晶の製造装置の概略断面図。

【図3】成長時における炭化珪素単結晶の製造装置の概略断面図。

【図4】比較のための炭化珪素単結晶の製造装置の概略断面図。

【図5】第2の実施形態における炭化珪素単結晶の製造装置の概略断面図。

【図6】成長時における炭化珪素単結晶の製造装置の概略断面図。

【図7】第3の実施形態における炭化珪素単結晶の製造装置の概略断面図。

【図8】第4の実施形態における炭化珪素単結晶の製造装置の概略断面図。

【図9】第5の実施形態における炭化珪素単結晶の製造装置の概略断面図。

【図10】第6の実施形態における炭化珪素単結晶の製造装置の概略断面図

。

【図11】第7の実施形態における炭化珪素単結晶の製造装置の概略断面図

。

【図12】炭化珪素単結晶の製造装置の一部拡大図。

【図13】従来の製造装置の概略断面図。

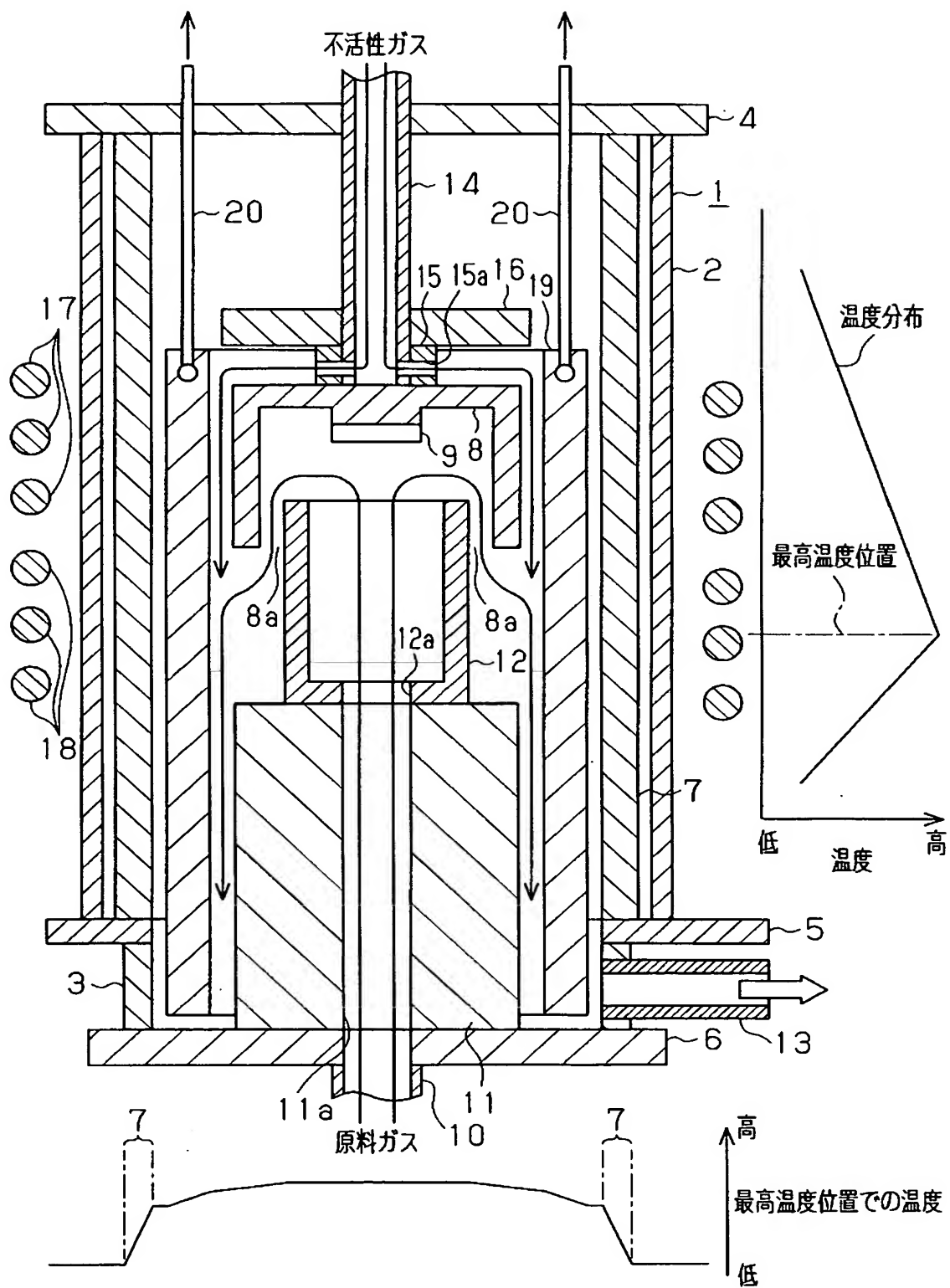
#### 【符号の説明】

1…真空容器、7…断熱材、8…反応容器、8a…排出口、8b…排出口、9

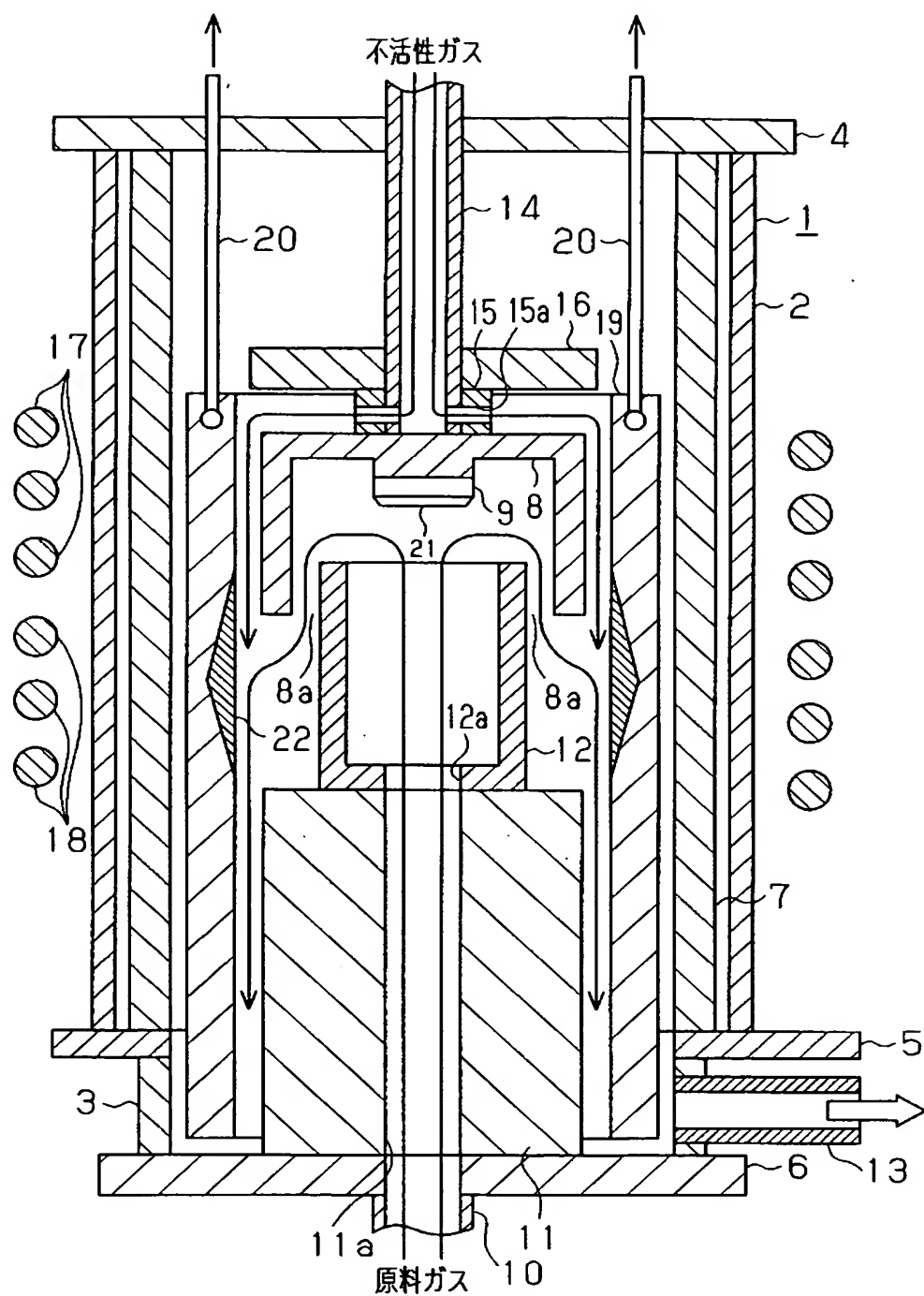
…種結晶となる炭化珪素単結晶基板、1 1…断熱材、1 2…筒体（原料ガス加熱用部材）、1 3…排気管、1 6…断熱材、1 9…吸収材、2 1…炭化珪素単結晶、3 0…吸収材、4 1…吸収材、4 2…吸収材、5 0…気密シート、5 1…気密シート、7 0…断熱材、8 0…未反応ガス成分分析出器、8 1…断熱材、8 3…気密シート、S 1…空間、S 1 0…空間。

【書類名】 図面

【図 1】

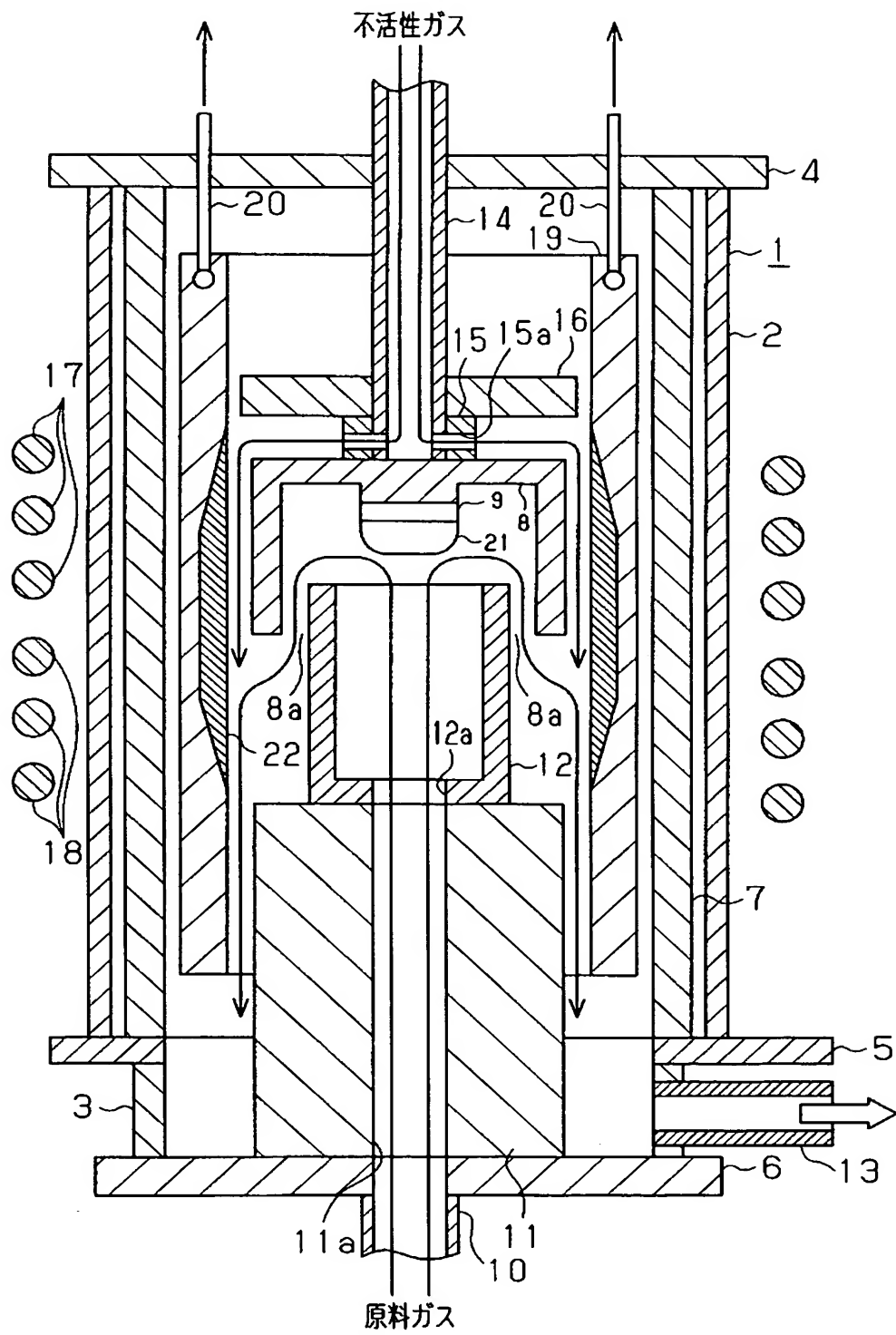


【図 2】

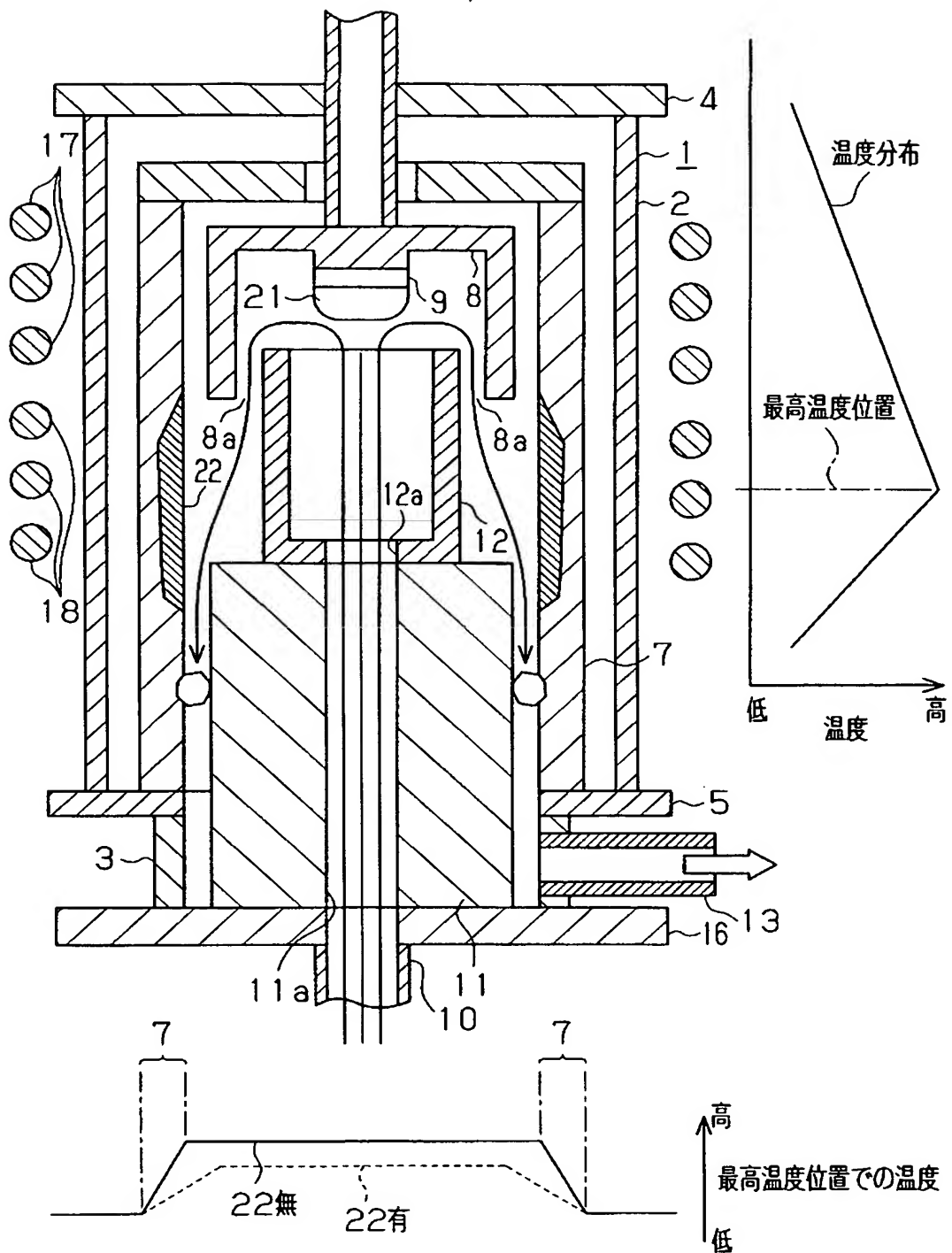




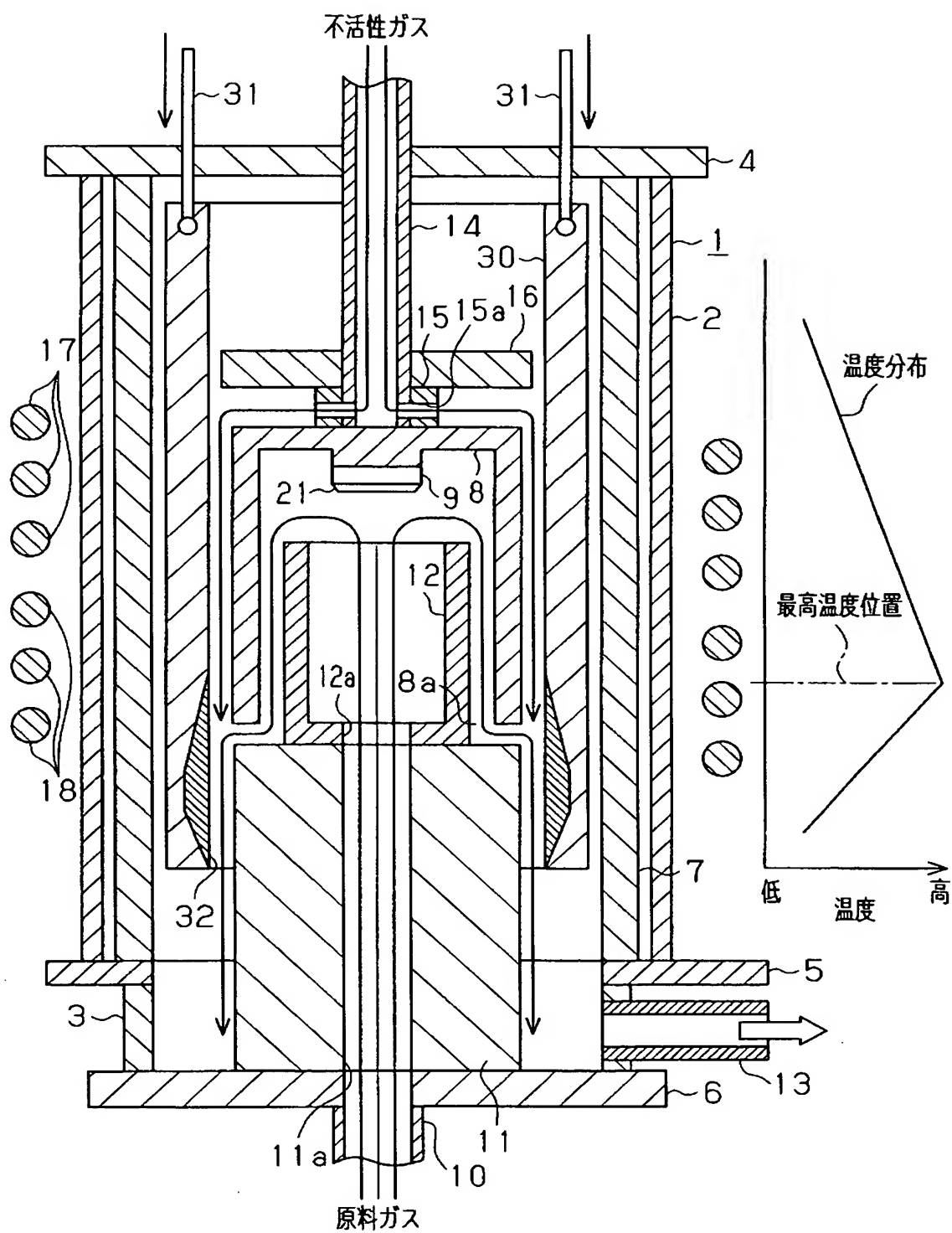
【図 3】



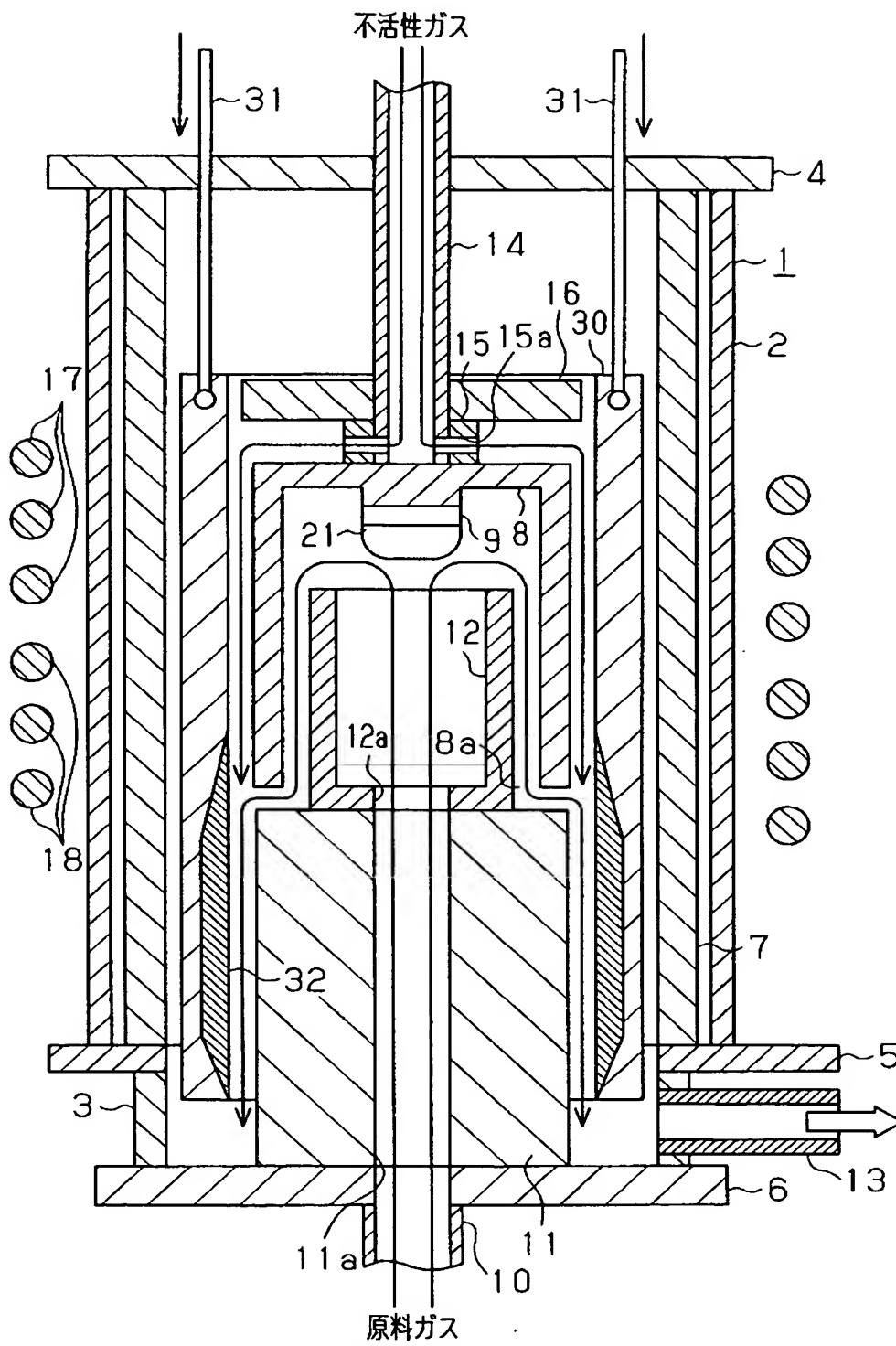
【図 4】



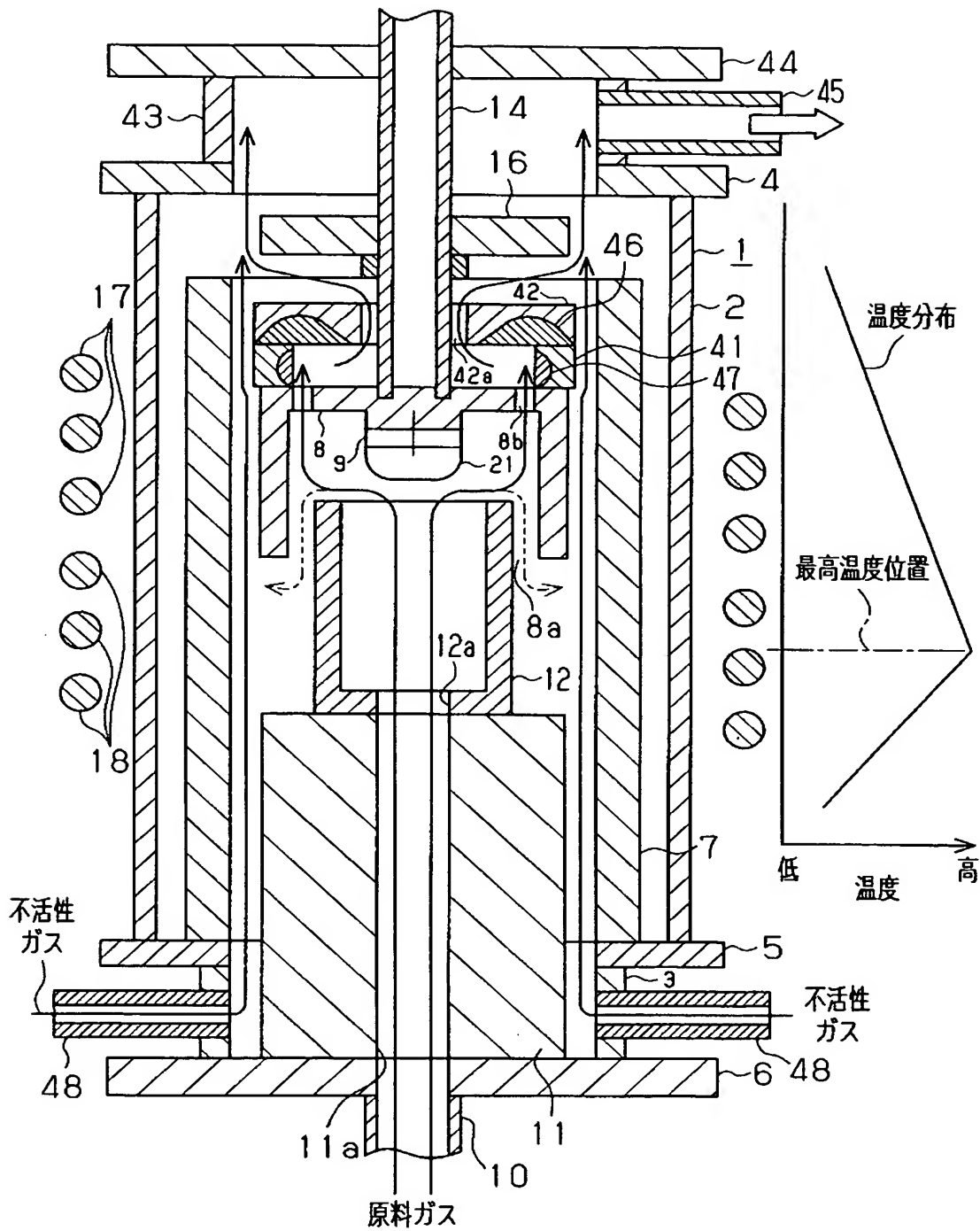
【図 5】



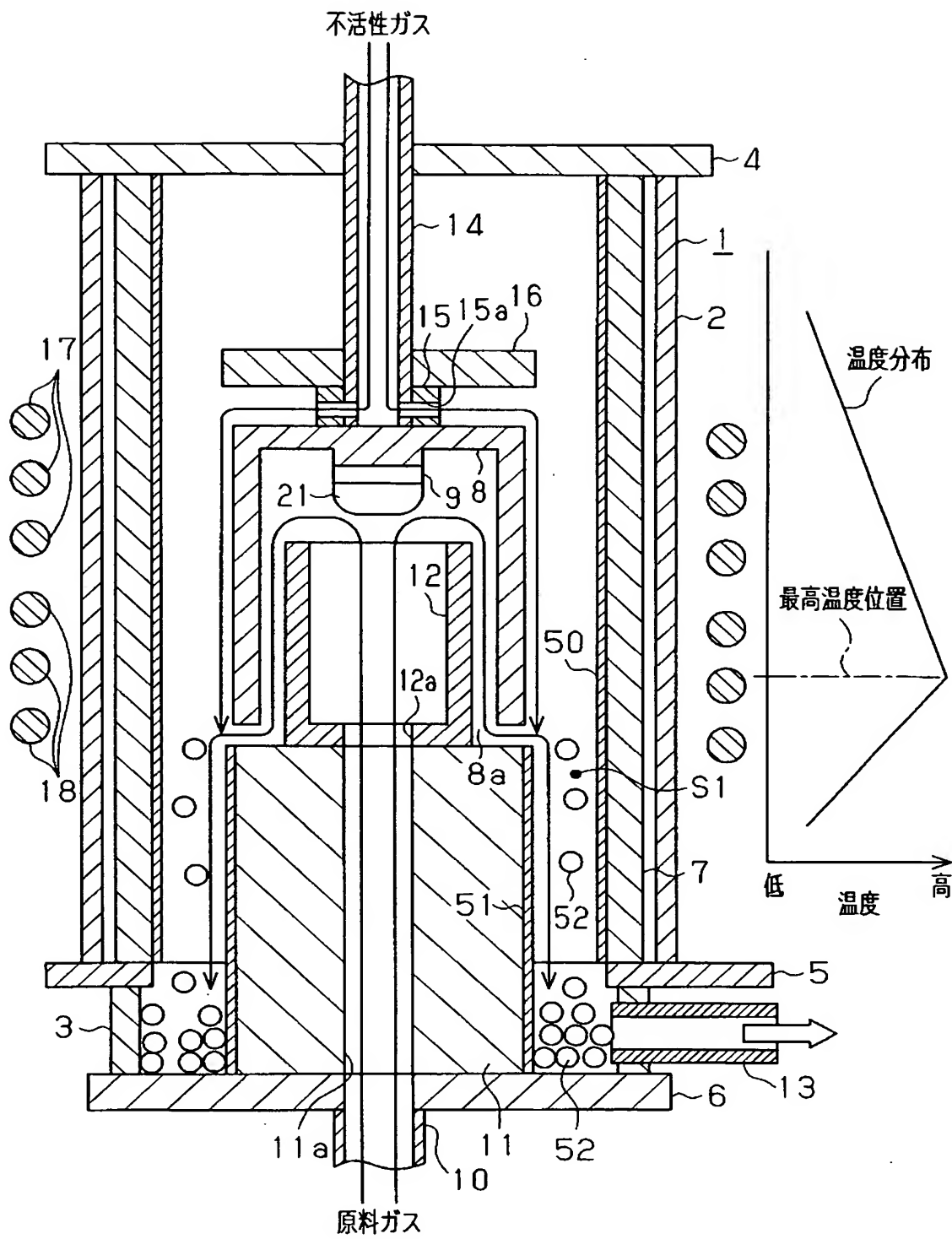
【図 6】



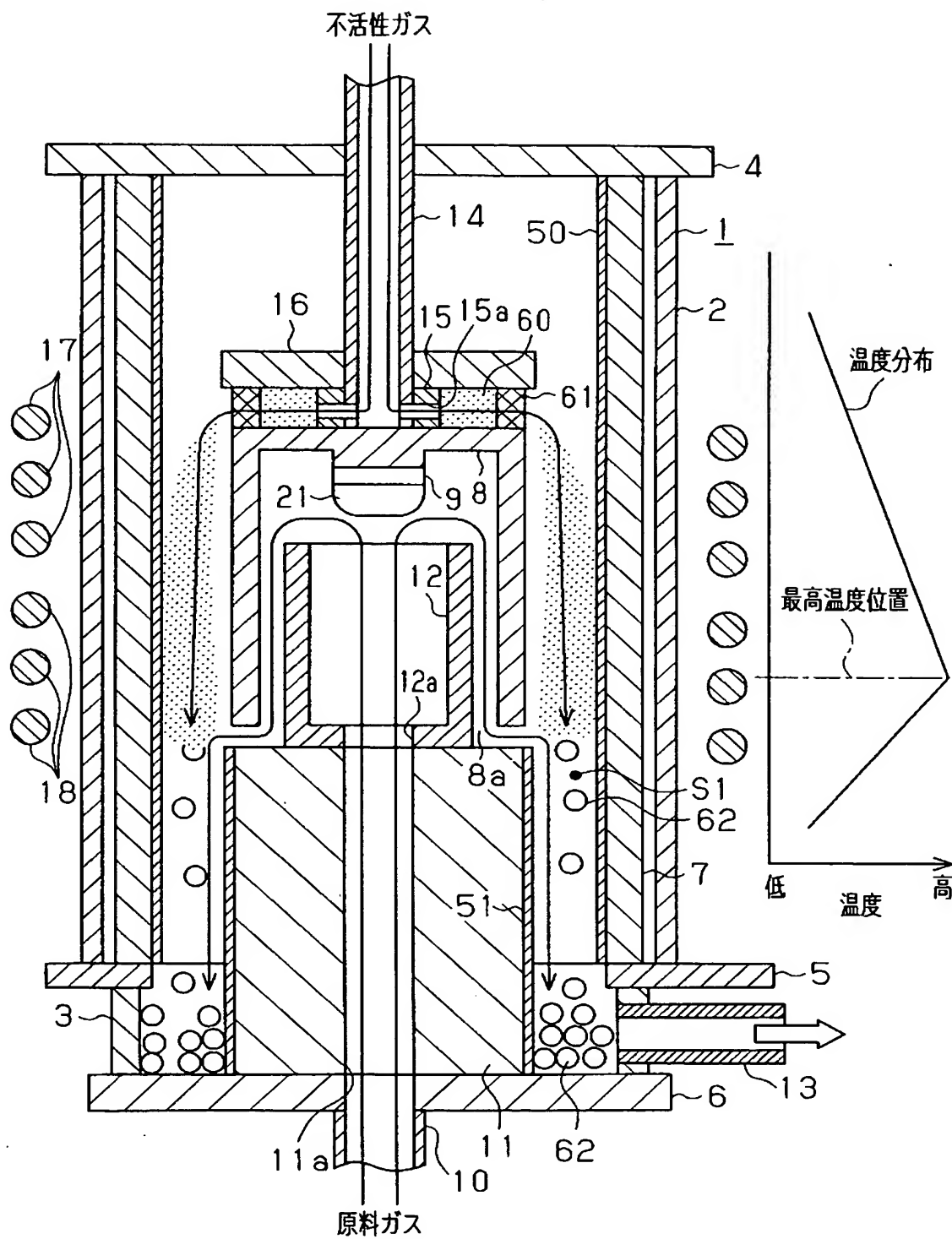
【図 7】



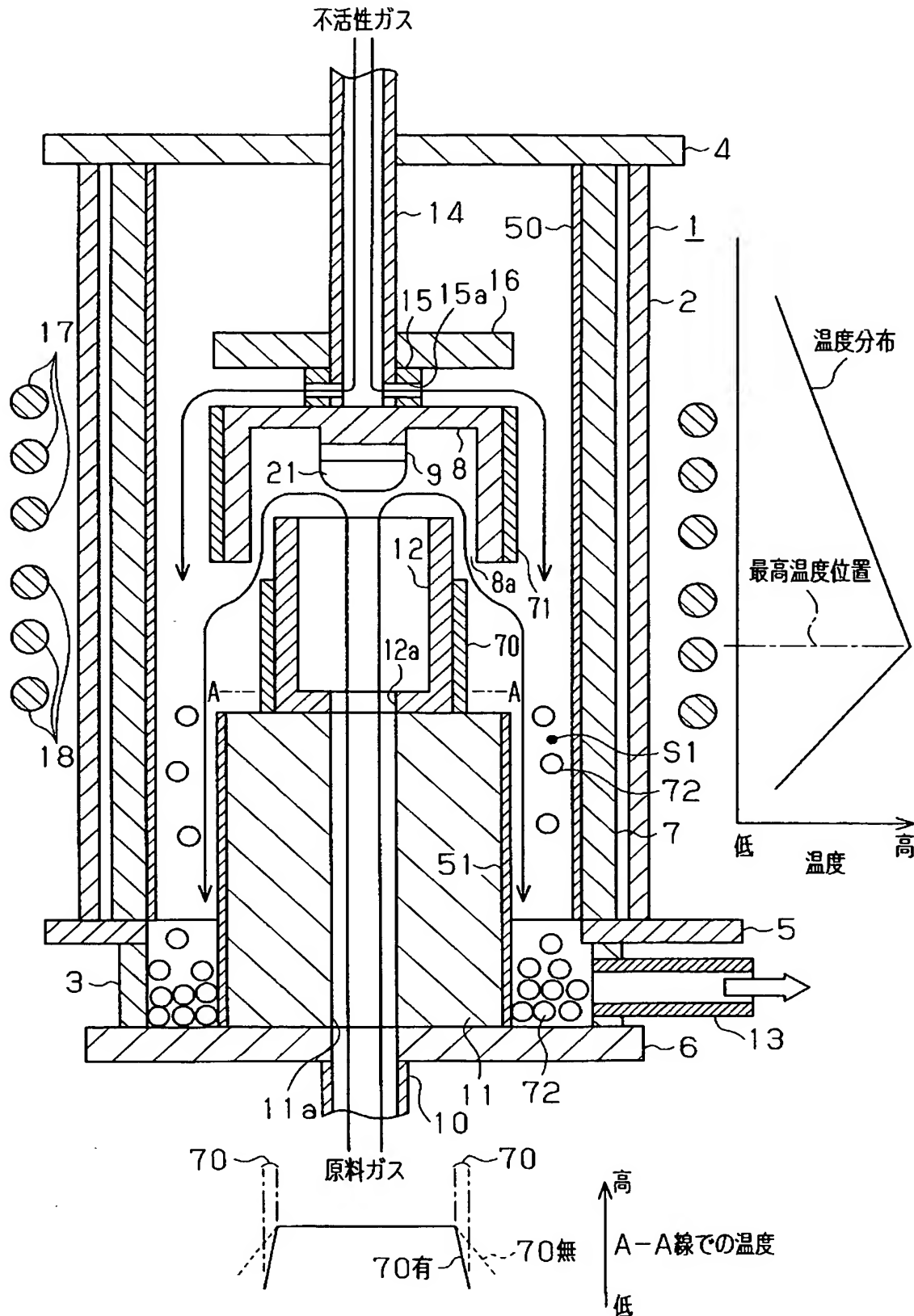
【図 8】



【図 9】

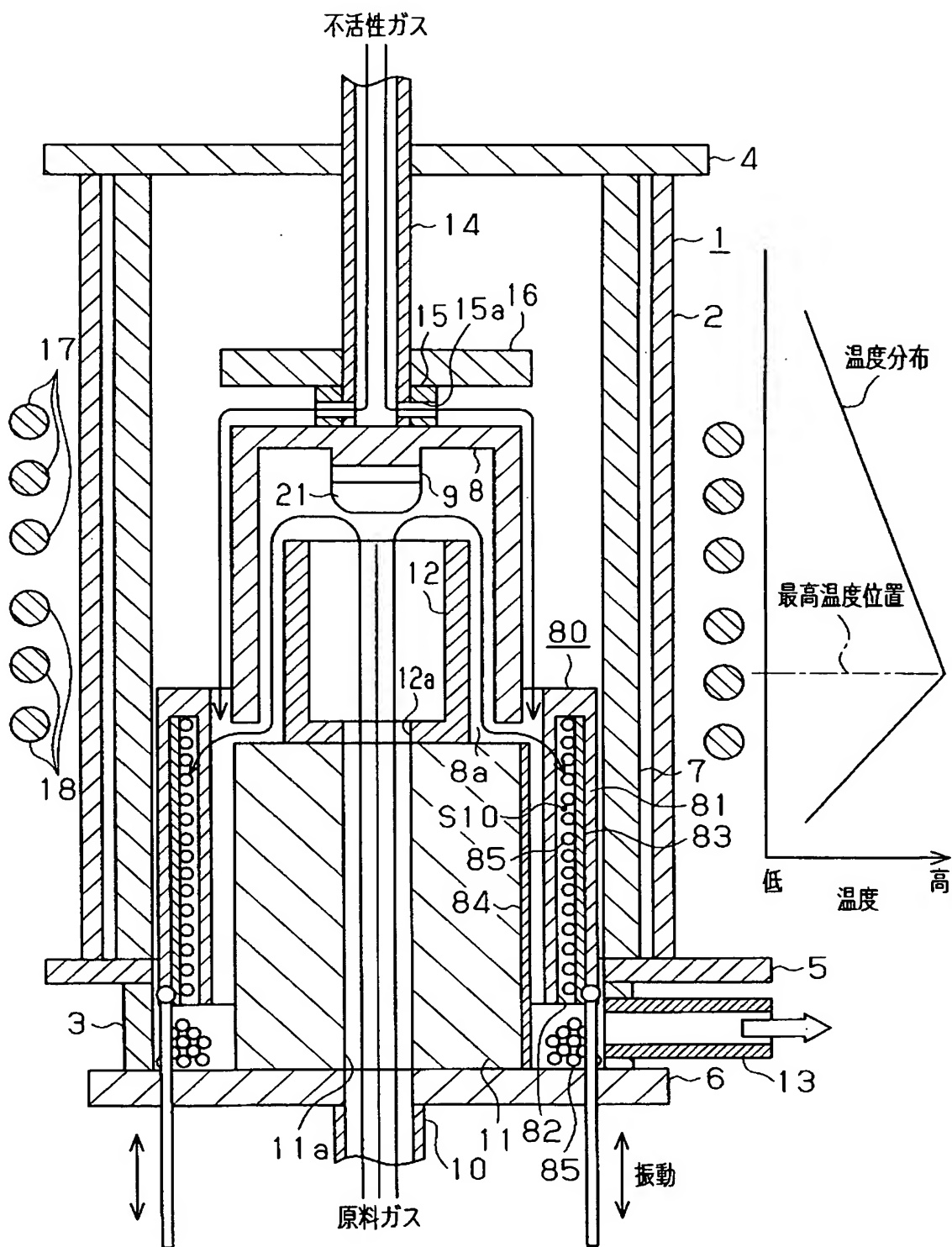


【図10】

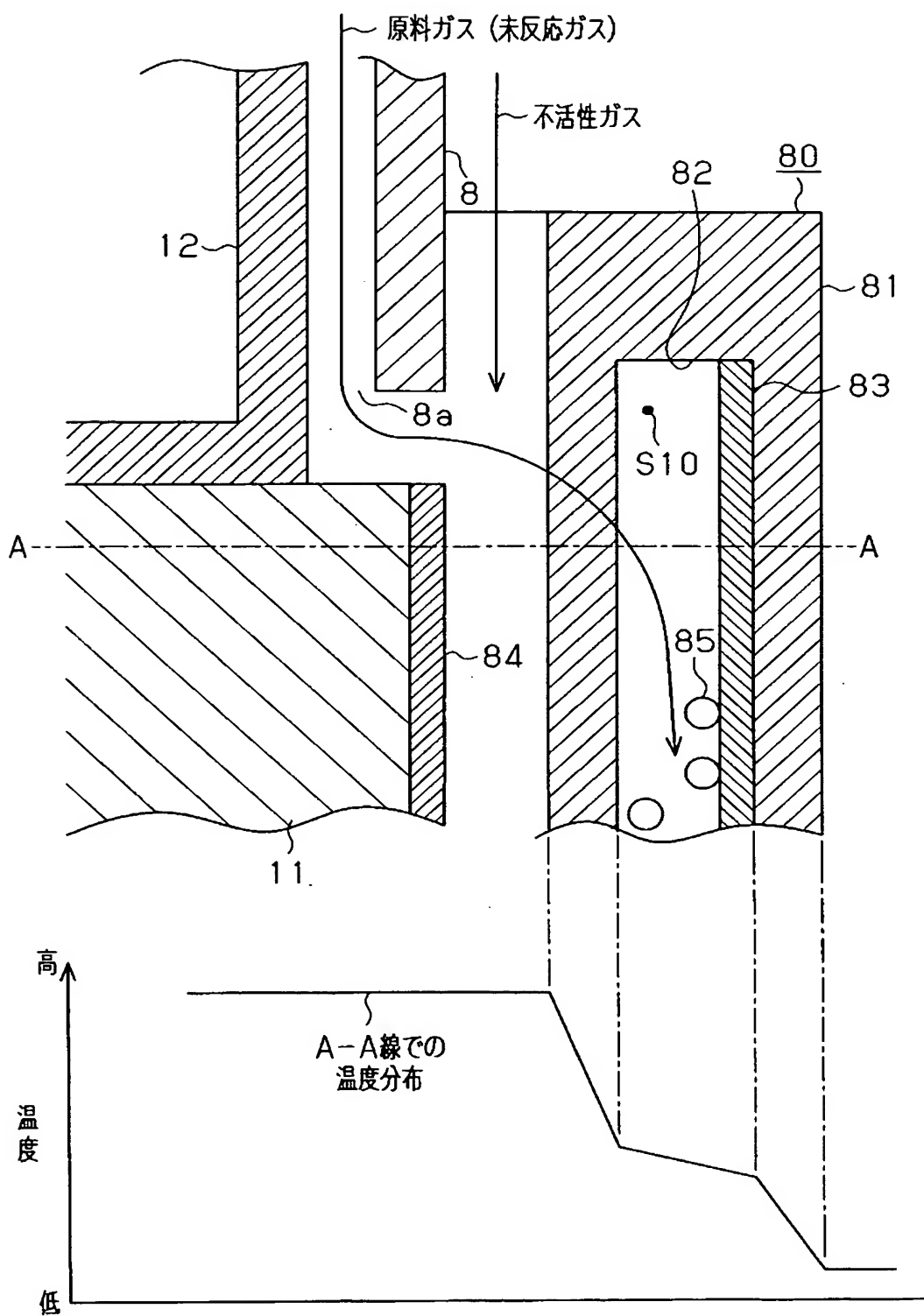




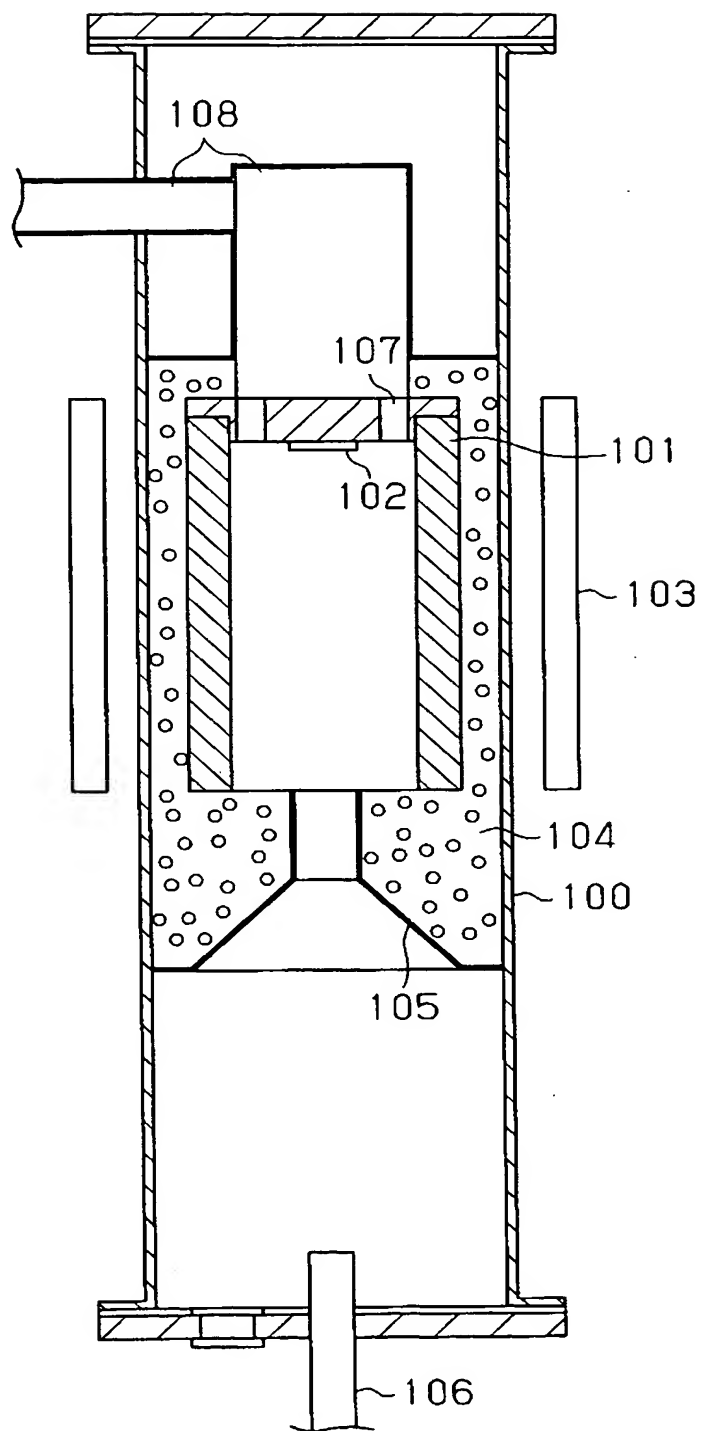
【図 11】



【図 12】



【図 13】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 新規な構成にて高品質な炭化珪素単結晶を製造することができる炭化珪素単結晶の製造方法および製造装置を提供する。

【解決手段】 真空容器 1 の内部において断熱材 7, 11, 16 にて囲まれた状態で反応容器 8 が配置されている。反応容器 8 の内部に種結晶となる炭化珪素単結晶基板 9 が配置されている。反応容器 8 内に、Si を含有するガスと C を含有するガスとを含む原料ガスが導入され、種結晶となる炭化珪素単結晶基板 9 から炭化珪素単結晶 21 が成長する。真空容器 1 の内部において、反応容器 8 の未反応ガスの排出口 8a と断熱材 7 との間に、反応容器 8 から排出された未反応ガスを固体に状態変化させて吸収する吸収材 19 が配置されている。

【選択図】 図 2

特願 2 0 0 3 - 1 3 9 3 8 7

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[ 0 0 0 0 0 4 2 6 0 ]

1. 変更年月日

1 9 9 6 年 1 0 月 8 日

[変更理由]

名称変更

住 所

愛知県刈谷市昭和町 1 丁目 1 番地

氏 名

株式会社デンソー